



躍動

若手研究者・技術者の取り組みと将来の夢

表面処理研究を通じて学んだこと

Learning from My Experiences on the Research of Surface Treatment

仙石晃大 日本製鉄(株)
技術開発本部 名古屋技術研究部
主任研究員
Akihiro Sengoku

1 はじめに

私は2011年に旧住友金属工業(株)に入社して、その後、会社の統合や異動に伴って部署名や勤務地に変化はあったものの、一貫して自動車用の表面処理鋼板の研究開発に従事している。その中でも、主に合金化溶融亜鉛めっき鋼板(GA鋼板)に関する商品開発やプロセス開発を担当してきた。

今回、光栄にも本稿を執筆する機会を与えて頂いたことにまず感謝を申し上げ、これまで取り組んだ研究開発の一例として、「合金化溶融亜鉛めっき鋼板を用いたホットスタンプ技術」に関する内容をご紹介します。この研究テーマは入社して最初に取り組み始めたものであり、鉄鋼協会の講演大会での発表や論文誌への投稿もさせて頂いている。また、鉄鋼協会主催のめっき関連の研究会やフォーラムを通じたご縁もあり、京都大学の乾先生のご指導を仰いで社会人ドクターとして博士後期課程を修了させて頂いたのも本研究テーマである。そのため、現在も研究開発を継続していることも合わせて、躍動の副題になっている、若手研究者の取り組みや将来の抱負を述べるのに、自分の研究活動を振り返って本内容が最も適していると考えている。

2 合金化溶融亜鉛めっき鋼板を用いたホットスタンプ技術

自動車用材料には、燃費向上を目的とした軽量化や衝突安全性の向上が求められており、その手段として高強度な材料を使用して自動車部品を薄肉化することが挙げられる^{1,2)}。近年、ホットスタンプと呼ばれる、鋼板ブランクをオーステナイト域(A_{c3} 以上)まで加熱して、熱間でプレス成形すると同時に金型で急冷して焼き入れするという、高強度の自動車部材を製造する技術が実用化されている^{2,4)}。さらに、このホットスタンプ技術にめっき鋼板を使用することで、加熱過程

での鉄スケールの生成を抑制でき、プレス後にショットブラスト等で鉄スケールを除去する工程を省略できる。それに加えて、ホットスタンプ後も表層にめっき成分が残存することで、非めっき鋼板を用いた場合と比較して耐食性が向上するという利点もある。当社では、アルミめっき鋼板⁵⁾および亜鉛めっき鋼板^{6,7)}のホットスタンプ用鋼板を開発、実用化している。

入社して最初に取り組んだ研究テーマは、亜鉛めっき鋼板、特に合金化溶融亜鉛めっき鋼板(GA鋼板)を用いたホットスタンプ技術に関する内容であった。GA鋼板は自動車用防錆鋼板として幅広く使用されていることもあり、その製造過程でのめっき構造の変化やそれらが性能に及ぼす影響等、これまでに多くの研究がなされている。しかし、本研究においてGA鋼板はあくまでも出発材料であり、ホットスタンプ工程ではGA鋼板を製造する際と比較して、より高温かつ長時間の加熱をする。このホットスタンプ工程でのめっき構造の変化に関する報告は少なく⁸⁾、十分に現象を理解されていなかったため、加熱過程でのめっき構造の変化を明らかにすることに取り組んだ⁹⁾。

本研究では、ホットスタンプの加熱過程の狙いの温度で急冷してめっき組織を凍結することが重要と考えて、試料の作製方法に最もこだわった。ホットスタンプ部品を製造する際には、一般的に輻射加熱炉を用いて加熱されるが、それでは加熱時の昇温パターンに試料間で差が生じる可能性がある上に、加熱炉から試料を取り出して急冷するまでの時間を揃えることも難しい。そこで、加熱時の制御性が高く、装置内に設置されたノズルから水を吹付けることで、加熱終了直後に狙い温度で急冷できる通電加熱装置を用いて試料を作製することとした。種々の温度まで加熱した後に急冷した試料に対して、X線回折(XRD: X-Ray Diffraction)、走査型電子顕微鏡(SEM: Scanning Electron Microscope)、エネルギー分散型X線分析(EDS: Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)及び電子後

方散乱回折 (EBSD : Electron Back Scatter Diffraction) を用いて、めっき構造を多面的に分析した。それらの分析から得られたホットスタンプ加熱過程でのGAめっきの構造変化に関する模式図を図1に示す。また、各試料のめっき層の厚み方向の中央位置の組成をFe-Zn二元系状態図上にプロットした結果を図2に示す。これらの結果を基にFe-Zn二元系状態図を用いて考察することで、Zn-Fe金属間化合物で構成されている初期のGAめっきが、加熱過程でめっきの溶融を伴いつつ複数の相変化を経て、最終的にFe-Zn固溶体の単相組織となることを明らかにできた⁹⁾。

これらは入社して最初に取り組んだ研究で得た結果であるが、上司や先輩研究者から頂いたアドバイスやディスカッションがあったからこそ得られたものと大変感謝している。また、個人としては右も左も分からずに試行錯誤しながらも、様々な研究者や作業の方々々に積極的に相談に伺い、技術を教わりながら実験や解析を丁寧にひとつひとつ進めていったことを思い出す。この時期に実験や解析を自分の手で進めたことにより研究の基礎となる力を養うことができたことが、その後の研究開発においても役立っていると今になって感じる。それ以外にも当時の自分を振り返ると、分からないことに対して恐れず飛び込んでいく姿勢があったと思ひ返され、中堅研究者に近づいた今、その姿勢を忘れていないかと反省した次第である。

3 めっき組織の制御による耐食性向上

上述したようなGA鋼板を用いたホットスタンプ技術に関する研究開発を進めていき、加熱条件とめっき構造の関係性について大枠を理解していくなかで、めっき組織を制御することで性能向上を狙えないかと考えるようになった。しかしながら、GA鋼板をホットスタンプした後のめっきは単相組

織であり、高温で長時間の加熱をすることから結晶粒の成長が避けられず、組織制御の仕様もないかと考えていた。そんな中でもFe-Zn二元系状態図を眺めていると、フェライト中のZnの固溶限が温度の低下に伴って大きく減少していることに目がいった。それはホットスタンプ加熱後に室温まで急冷されたFe-Zn固溶体は、Znを過飽和に固溶した状態であることを意味しており、めっき組織を変化させられる可能性を含んでいることに気付いた。

また一方で、同じ時期に自分が専門とするめっき、表面処理の分野を超えてホットスタンプに関する論文を広く読み、知見を広げることを意識していた。その際に利用加工技術に目を向けると、自動車の衝突時のエネルギー吸収能を向上するという観点で、部品の一部を軟質化するという取り組みがいくつか報告されていた¹⁰⁻¹²⁾。軟質化する様々な手法が提案されていたが、その中でもホットスタンプ後の焼戻し処理に着目した。その理由は、上述したようにホットスタンプの

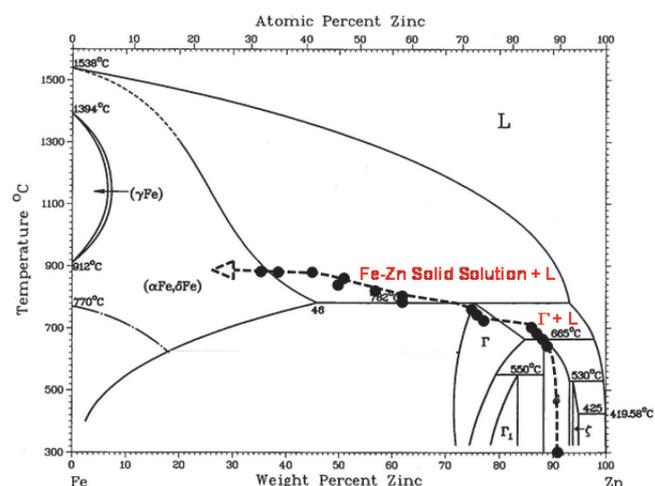


図2 Fe-Zn二元系状態図上でのホットスタンプ加熱過程のめっき組成変化⁹⁾

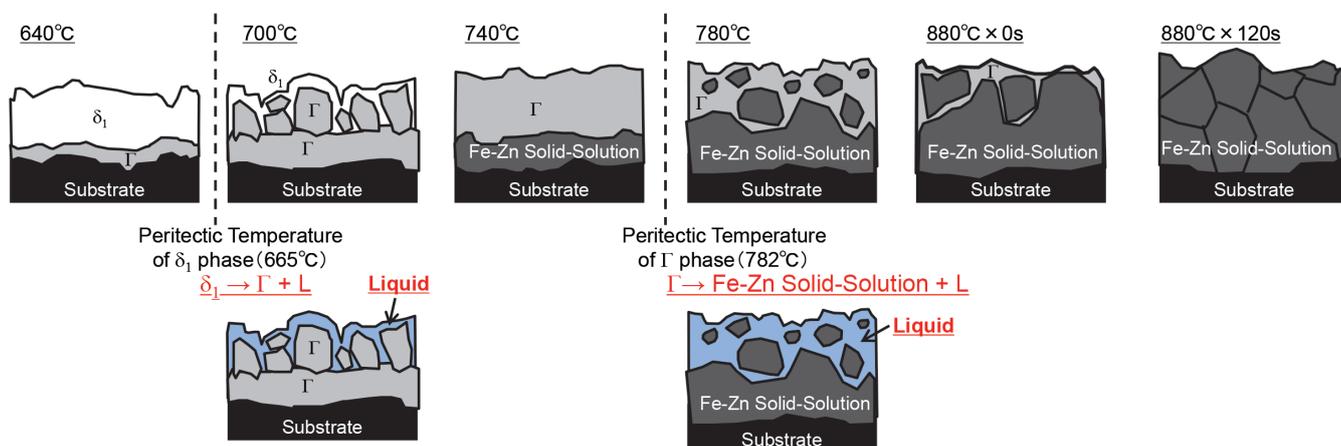


図1 ホットスタンプ加熱過程のGAめっき構造の変化に関する模式図⁹⁾

めっきを構成するFe-Zn固溶体は過飽和にZnが固溶しており熱力学的には不安定な状態であるため、焼戻しのような熱処理を加えることでめっき組織を安定な状態に変化させることができると考えたからである。そこで、焼戻しによりめっき組織を変化させて耐食性を向上させることに着想した¹³⁾。

GA鋼板をホットスタンプした試料を出発材料として、種々の加熱条件で焼戻してめっき構造を調査した結果の一例を図3に示す。500℃から600℃の温度域で焼戻すことで、Fe-Zn固溶体の単相組織からめっき組織が変化することを明らかにした。このめっき組織の変化を、ここでもやはりFe-Zn二元系状態図を用いて考察すると、焼戻し前の過飽和のFe-Zn固溶体よりも、Zn固溶量の少ないFe-Zn固溶体とZn-Fe金属間化合物であるΓ相に二相分離した方が熱力学的に安定であることが分かった。また、状態図から想定される安定状態だけでなく、焼戻し加熱の処理時間内に十分に反応が進むかどうかという視点でFe及びZnの拡散速度を試算すると、得られためっき組織の状態が妥当であることを説明できた¹³⁾。

さらに、焼戻し処理によるめっき組織の変化が耐食性に及ぼす影響を調査するために腐食試験をした結果、二相分離によってΓ相が形成することで塗装後の耐食性が向上することを明らかにできた。腐食初期のめっき組織の観察結果を図5に示すが、二相分離してラメラ組織となった構成相の片側のみで優先的に腐食している様子が確認される。このことか

ら、Feよりも卑なZnの濃度が高いΓ相が、Fe-Zn固溶体に対して優先的に腐食してZnの腐食生成物が形成することで耐食性が向上したと結論付けた¹³⁾。

本開発では、自分の専門領域である表面処理分野だけでなく、利用加工技術分野での技術動向や取り組みにアンテナを張ることが役に立った。利用加工技術の分野で検討されていた、ホットスタンプ後に更に熱処理を加えるという手段が、めっき組織を制御する手段にもなり得ることに気付き、表面処理に関する性能も合わせて向上できる可能性を提案するこ

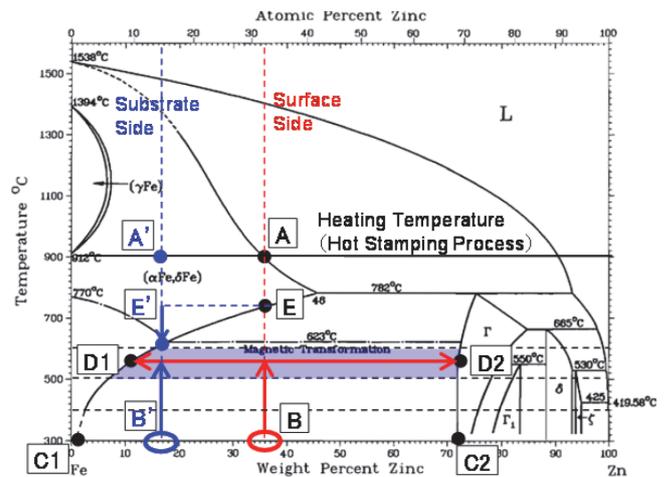


図4 Fe-Zn二元系状態図を用いたラメラ組織形成メカニズムの提案¹³⁾

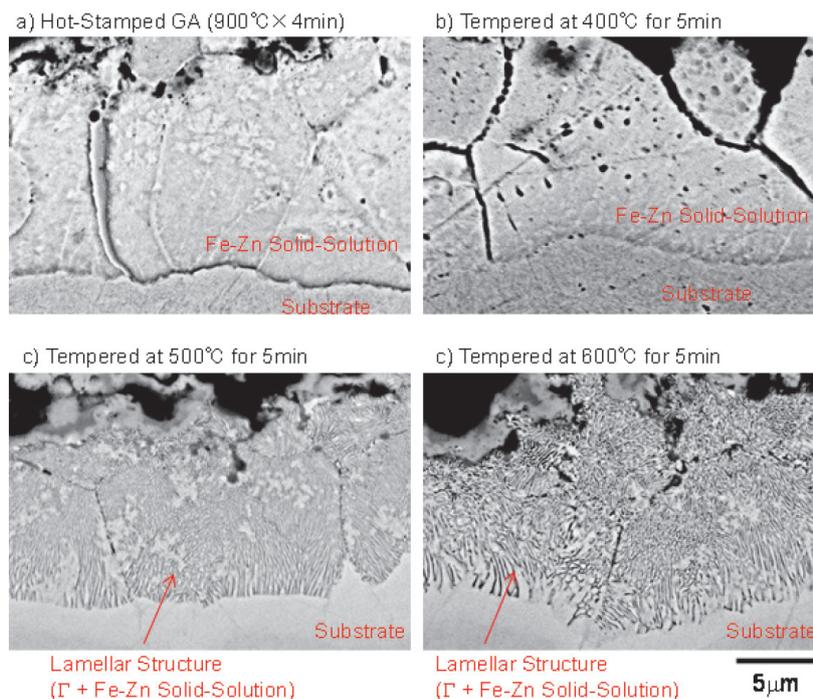


図3 めっき層の断面SEM像、a) ホットスタンプまま、b) 400℃、c) 500℃、d) 600℃焼戻し材¹³⁾

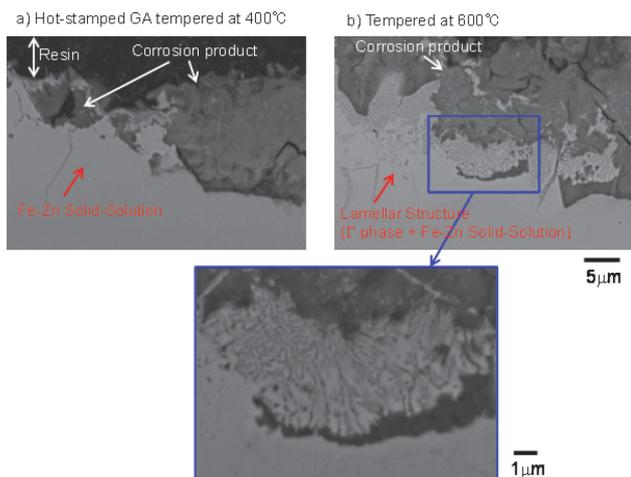


図5 腐食初期のめっき層の断面SEM像、a) 400°C、b) 500°C焼戻し材¹³⁾

とができた。この経験から、研究者として自分の技術分野を深掘りすることが重要であると同時に、自分の研究領域の周辺分野まで視野を広げて学び、理解することで研究開発をより良いものに拡張できることを学んだ。

4 おわりに

本稿の執筆は、自分のこれまでの研究生活を振り返るよいきっかけになった。入社して以来、この約10年間、自動車の表面処理鋼板の研究開発に従事して様々な研究テーマを担当してきた。その中でも、今回ご紹介させて頂いた、合金化溶融亜鉛めっき鋼板を用いたホットスタンプ技術に関する研究開発を通じて、丁寧に実験と分析をして、原理原則に基づいた考察をすることの大切さを学ぶことができた。特に、熱力学状態図や拡散現象を正しく理解するといった材料科学の基礎が、めっき構造の変化を理解するうえでも重要であり、その理解こそが研究開発を正しく進めるための道標となることを、体感できたことを改めて幸せに感じる。

これから先の展望としては、自分発信の技術を通じて世の中に新しい価値を生み出していきたいというのが一番の目標であり、それに向けて精進していきたい。現在、技術研究部と呼ばれる製鉄所内に位置する研究部門に所属しており、製造現場や需要家の方々に近い位置で研究開発をできる環境にいることを活かして、目標達成に向けて一步一步進んでい

き、研究者として一人前になっていきたいと考えている。

最後になりましたが、これまでにご指導頂きました先生方、上司先輩方、ならびに関係者の方々にこの場をお借りしまして、改めて厚く御礼申し上げます。今後とも引き続き、ご指導、ご鞭撻のほどをよろしくお願い申し上げます。

参考文献

- 1) 高橋学：鉄と鋼, 100 (2014), 82.
- 2) 藤田展弘, 楠見和久, 松村賢一郎, 野中俊樹, 友清寿雅：新日鉄技報, 393 (2012), 99.
- 3) 小嶋啓達：プレス技術, 42 (2004), 38.
- 4) K.Steinhoff, N.Barbakedze and M.Schupfer：Galvatech 2011 Proc., Associazione Italiana di Metallurgia, Milano, (2011), 319.
- 5) 末広正芳, 真木純, 楠見和久, 大神正浩, 宮腰寿拓：新日鉄技報, 378 (2003), 15.
- 6) 今井和仁, 吉川幸宏, 土岐保：CAMP-ISIJ, 18 (2005), 557.
- 7) 秋岡幸司, 今井和仁, 須藤俊太郎, 市川正信, 尾林彰：まてりあ, 51 (2012), 70.
- 8) J.Faderl, S.Kolnberger, M.Rosner and T.Kurtz：Galvatech 2011 Proc., Associazione Italiana di Metallurgia, Milano, (2011), 335.
- 9) 仙石晃大, 竹林浩史, 岡本範彦, 乾晴行：鉄と鋼, 104 (2018), 331.
- 10) 山本浩介, 飛鷹健太, 森岡健太郎, 須江龍裕, 竹元嘉利, 瀬沼武秀：塑性と加工, 54 (2013), 137.
- 11) F.Zimmermann, J.Sporer and W.Volk：Hot Sheet Metal Forming of High-Performance Steel, Proc. 5th Int. Conf., Verlag Wissenschaftliche Scripten, Auerbach, Germany, (2015), 17.
- 12) M.Schefer, D.Schuoecker, J.Aichinger, O.Spitzer and T.Harrer：Hot Sheet Metal Forming of High-Performance Steel, Proc. 5th Int. Conf., Verlag Wissenschaftliche Scripten, Auerbach, Germany, (2015), 25.
- 13) 仙石晃大, 竹林浩史, 岡本範彦, 乾晴行：鉄と鋼, 105 (2019), 819.

(2020年9月16日受付)

先輩研究者・技術者からのエール

東北大学 大学院工学研究科 金属フロンティア工学専攻 教授

貝沼 亮介

現 在実施中の日本鉄鋼協会、材料の組織と特性部会、めっき研究会フォーラムの主査をさせて頂いている関係で記事執筆の機会が与えられました。めっき研究会は、1990年月中旬に京大・山口正治先生を主査として開始されて以来、京大・落合庄治郎先生、東大・山口周先生を経て実に25年もの歴史をもつ学びと討論の場となりました。小職は合金状態図や相変態が専門であり、表面の酸化や濡れ、界面反応、凝固、皮膜の加工性や密着性といっためっき技術全体に関係した研究会の間口の広さに、参加当初は戸惑いを感じました。しかし、普段なかなか聞くことのできない異分野にある一流の研究者や技術者の発表をじっくりと聞くことができ、大いに学び楽しませて頂きました。前置きが長くなりましたが、仙石さんも記事に触れておられたようにめっき当研究会のメンバーとして関わられたので、おそらく小職と同じようにこの研究会を通して現象の原理原則を深く学ばれたのだろうと（勝手に）推察しております。

めっき反応は、秒単位での制御が求められる非平衡現象です。しかも、Zn側には多種多様な金属間化合物が現れ極めて複雑です。実際、最近小職のグループで決定した緻密なFe-Zn2元系状態図の実験的決定には実に2年以

上の歳月を要しました。こうなると、利用者側から「非平衡現象なので状態図は使えませんね」などと片付けられるととても残念な思いになります。しかし、今回の仙石さんの記事を拝読させて頂き、ホットスタンプに限られたお話ではありますが、Fe-Zn系状態図の情報から見事にめっき層の組織変化を説明されその特性制御にも利用された点は、状態図を作る側としてとても励まされました。状態図は材料開発の地図とも例えられますが、やはり材料組織制御の要として今後も重要であり続けるのだと思います。仙石さん自身も、最後のまとめとして「原理原則に基づいた考察をすることの大切さ…。特に、熱力学状態図や拡散現象を正しく理解するといった材料科学の基礎」が重要であると述べておられますが、その考えに心から賛同いたします。

日本を担う若手技術者が、仙石さんのように原理原則に立脚することの重要性を意識し、実際に自らが捉って立つ学理を深めつつ技術開発が進められるなら、これからも日本の鉄鋼業は世界の先端を走り続けるものと思います。仙石さんご自身においても、今後益々のご活躍を心から期待しております。

(株) 神戸製鋼所 技術開発本部 材料研究所 材質制御研究室 主任研究員

村上 俊夫

仙 石さんと最初にお会いしたのは、採用活動のために参加した2009年の京都大学材料工学スクール冬季フォーラムでした。この会を主催されていた松原先生の研究室に4回生として在籍していた仙石さんは、会の準備・片付けのために対応してくれ、その時に少しお話したことを記憶しています。リクルーターにとって採用対象でない4回生を覚えるのは珍しいことと思いますが、彼の世代の松原研は粒ぞろいで、神戸製鋼に入社してくれた足立さんをはじめ、皆さんそろって印象深い学生でした。そのうち仙石さんを除く全員が理知的な雰囲気を持つ中、仙石さんは一人異彩を放ち、率直に言えばお笑い系のキャラクターだと感じていました。神戸製鋼に来てくれればと考えていましたが、当時、京都大学材料系の中で名物リクルーターとして名をはせていた住友金属（当時、現日本製鉄） 匹田さんと雰囲気が似ていると思っていたら、住友金属へ就職することになり、残念に思いながらも、妙に納得したことを覚えています。

その時は仙石さんの学生時代の研究内容から就職後に関連することは無いだろうと思っていたのですが、時を経ず、2014年の鉄鋼協会春季講演大会で再会する機会を

持ちました。当時、私はホットスタンプにおける材質改善に取り組む中で、材料特性に及ぼす亜鉛めっき等の表層の影響について関心を持っていました。その時に仙石さんのホットスタンプ加熱中の亜鉛めっき層の変化挙動に関する報告されていました。ホットスタンプでは通常のGAめっき層と異なり、900℃程度の高温に加熱されることから、その変化挙動は明確になっていなかったのですが、複雑な相変化挙動を丹念な調査を通じて明らかにされており、入社後わずか3年で素晴らしい成果を出されたと感じました。

その後も、精力的にGAホットスタンプの基礎的な研究を継続され、2019年には合金化溶融亜鉛めっき鋼板を用いたホットスタンプ技術に関する研究というテーマで博士課程を取得され、国内でも有数のホットスタンプに関する表面制御研究者に成長されたと感じています。企業間の競争を思えば脅威と感じますが、日本全体で見れば、欧州をはじめとする海外に対して、日本のホットスタンプの競争力を高めていくためには不可欠の存在かと思えます。仙石さんの更なる成長と活躍を期待しています。