

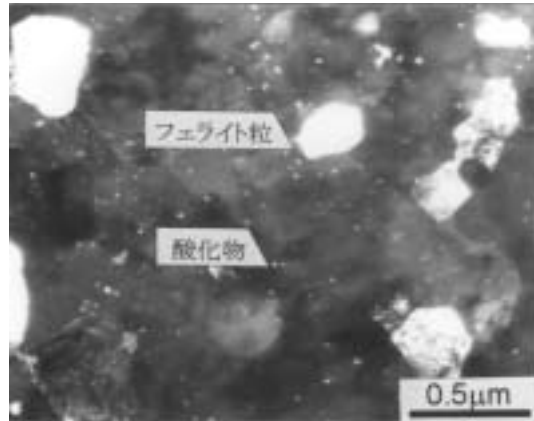
TODAY

超細粒鋼プロジェクトの成果と今後の展開



九州大学大学院工学研究科

教授 高木 節雄



世界最小の結晶粒を有するバルク鉄の組織(TEM 暗視野像)

光学顕微鏡が発明され、材料の組織と機械的性質の間に明確な関係があることが明らかになると、人々は、なんとかして組織を微細化して材料の特性を改善しようと試みてきた。光学顕微鏡の分解能は1 μm 程度であり、われわれは、ミリからミクロン範囲の組織制御技術を20世紀中にほぼ手に入れたと考えてよいであろう。TMCP(Thermo-Mechanical Control Process)による鉄鋼の結晶粒制御技術はその代表的な成果であり、これにより結晶粒は一気に10 μm 以下にまで微細化された。

しかし人間は欲深いもので、目標を達成するとその先に挑戦したくなる。スーパーメタルや超鉄鋼等の国家プロジェクトは、まさに1 μm までの微細粒化で何が変わるかを見極めるための研究であった。その結果、Hall-Petch則が0.1 μm 付近まで成立することや、1 μm までの微細粒化によってDBTT(Ductile-Brittle Transition Temperature)が液体窒素温度以下に低下すること等、興味深い新事実も明らかにされた。

しかし、過度の微細粒化によって延性や溶接性が低下することも指摘され、「工業的応用面では、鉄鋼材料の場合2~3 μm 程度が最適の粒径である」という開発目標を明確にしたところに、プロ

ジェクトの最大の成果があったように思う。

こうした知見を基に、超細粒化技術の実用化に向けた研究プロジェクトが世界各国で立ち上がりつつあり、この分野で先導的役割を果たしてきた日本が応用面で後れを取ることがないように、さらなる「産」の努力と「官」による支援を期待したい。

それでは、「学」のなすべきことは何かというと、これまでは「産」でやれない基礎的学術分野の研究が担当領域と考えられてきたが、これからは萌芽的研究に対する期待が大きくなるに違いない。私の研究室では、1980年代から鉄の結晶粒を1 μm 以下に微細化する研究を手がけており、上記の国家プロジェクトが始動する97年までに基本的なデータ¹⁾を出して、プロジェクトの立ち上げに微力ながら寄与したことについては、学者として萌芽的役割を果たしたと自負している。

掲載写真は、われわれが作製した超細粒鉄(粒径:約0.3 μm)のTEM暗視野像を示す。ここで注目していただきたいのは、大きさが10~20nmの微粒子が均一に分散している点であり、これらの存在が超細粒組織の形成に不可欠の要因となっている。この微粒子はもとは鉄に含まれていた介材物であり、介材物をナノサイズの微粒子に変身

させるナノテクノロジーなしには超細粒鉄の創製はなし得なかった。われわれはすでに原子レベルの解析をも可能とする諸々の武器を手中にしており、ナノ解析技術を駆使した新たなナノテクノロ

ジーの開拓こそ、21世紀の鉄鋼に与えられた課題であると私は受け止めている。

1) 例えば「日本鉄鋼協会講演論文集、材料とプロセス、Vol.10, No.6, (1997), P1176-1178」

JRCM REPORT

鉄系ナノメタルプロジェクト計画

研究開発部 小林秀夫

1. はじめに

JRCMは、国が施策した「材料ナノテクノロジープログラム・ナノメタル技術プロジェクト」の「実用金属材料分野ナノメタル技術開発」について、平成13年度から17年度までの予定で、鉄・アルミ・銅の3分野での研究開発をNEDO(新エネルギー・産業技術総合開発機構)から受託した。本プロジェクトは平成13年9月17日にNEDOと契約し結についたばかりであるので、本稿は鉄分野についての研究計画概要を報告するにとどめる。

2. 研究計画概要

鉄系では、鉄材料の組成及び組織をナノレベルで超精密・超微細に制御することで、機械的特性(強度、延靱性等)や機能特性(耐食性等)を飛躍的に向上させることを目的に研究開発を行うものである。この際、利用されることなく蓄積されている低品位スクラ

ップのリサイクルを念頭に、スクラップ中のCuに着目して、Cu軟質ナノ粒子析出による「分散強化」と「結晶粒のナノスケールでの超微細化」の相乗効果を利用し、従来の研究開発手法では限界に近づいている特性・機能の飛躍的な進歩向上を狙って、新世代鉄鋼材料を開発する。

このための研究課題を、「ナノ領域組織制御技術(ナノクラスター析出制御技術と粒界・界面構造制御技術)」及び「計算科学」の2グループで取り組む。集中研究所ではナノ組織、組成、構造解析、構造制御と特性の評価を行い、2グループの成果の集大成として、ナノ組織制御の指導原理を確立することを目指す。

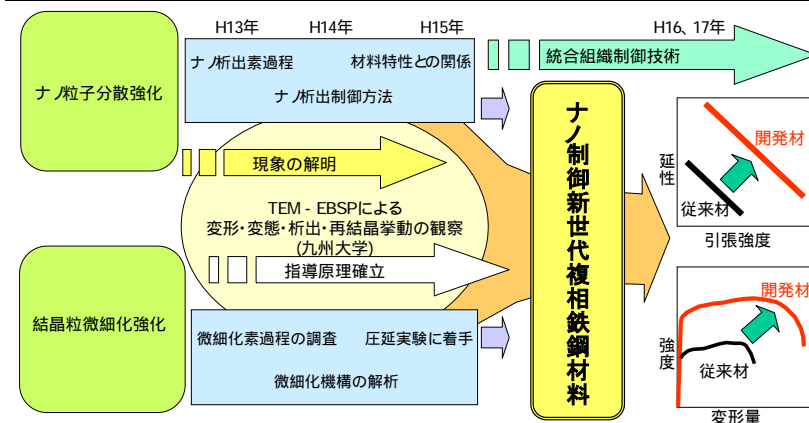
ナノ領域組織制御技術のうちの「ナノクラスター・ナノ析出制御技術」では、Fe-Cu合金及び実用炭素鋼[Fe-C(Cu)系]におけるナノクラスター・ナノ析出素過程の解明とこれを制御するための成分設計、熱処理法、磁場・塑

性ひずみ付加法等の技術指針を得て、析出相をナノサイズで制御して、延性、靱性、あるいは耐水素割れ等、材料特性の飛躍的向上を可能とする鋼成分、組織、製造プロセスに関する基盤技術を構築する。また「粒界・界面制御技術」では、変形下部組織の形成機構とそこからのナノレベル変態・再結晶挙動の観察技術基盤を構築し、超微細粒組織を形成するための指導原理を確立することを目指す。「計算科学」では鋼中のナノクラスター生成、ナノ析出挙動、強加工による超微細粒組織形成やその変形挙動をシミュレートする技術を開発して、新世代複相鉄鋼材料の創製を支援する。

3. 研究体制

鉄系では、NEDOから受託され管理法人機能を担うJRCMに新日本製鐵(株)、日本鋼管(株)、川崎製鉄(株)、住友金属工業(株)と(株)神戸製鋼所がそれぞれ研究員を派遣しJRCMの研究員として研究を行う。そして、JRCMと九州大学大学院工学研究科とが共同研究契約を結び、同研究科を本プロジェクトの集中研究実施場所とし、同科高木節雄教授をリーダーとした集中研究体制で研究を行っている。

また、鉄系の計算科学では、茨城大学工学部の榎本正人教授と大阪大学大学院工学研究科の北川浩教授とが、それぞれJRCMと受託研究契約を結んで研究を行っている。



ナノ制御新世代鉄鋼材料の創製フロー

アルミニウム系ナノメタルプロジェクト計画

アルミニウム技術部 長濱勝介

1. 研究の背景

アルミニウム合金において析出強化法は最も効果的な高強度化法であり、これまで析出強化法により種々の軽量高強度合金が開発され、実用に供されてきた。これらの合金においては準安定相の分散制御の重要性が明らかにされている程度で、熱処理プロセス、合金成分、加工熱処理等、経験的に製造条件が決められてきたといっても過言ではない。合金の強度並びに延性は、転位というナノスケールの格子欠陥の挙動と直接かかわる特性であり、析出強化合金の一層の高強度化・高延性化を図るためにはナノスケールの組織最適化が重要となる。しかしながら、析出のごく初期過程の溶質原子のナノクラスターや空孔クラスターの生成、構造、組成変化及び異質核作用については、これまで有効な測定手法がなく、ほとんど解明されていないのが実情である。

そこで、これらの現象を解明することにより、析出初期のナノクラスターを制御・活用し、さらに結晶粒界・粒界近傍の析出も制御し、複数のナノ析出相をそれぞれ最適分散させる手法を確立する。さらに、マイクロアロイング元素を活用してナノクラスター/母相界面構造を局在化制御することで、構造安定性の高いナノクラスターを生成する手法を確立し、構造用アルミニウム合金の高強度化・高延性化を図る新規の微細組織制御技術を創製する。

2. 研究の進め方

1) 微細整合析出制御技術

アルミニウム合金の高強度化・高成形性化を図るために、微細な整合析出相を高密度に分散させることが有効で

ある。そのためには、微細整合析出相の形成機構、特に核生成過程を解明し、制御することが最大のポイントになる。

本研究では、ナノスケールの異質核生成現象を活用し、組織制御を図る。すなわち、析出初期に高密度にナノクラスターを生成させ、その異質核生成作用により、整合ひずみを有する準安定相(GPゾーンや中間相)を高密度かつ一様に分散させる。

これまでの研究ではナノクラスターと準安定相の構造上のつながりは不明確であり、ナノクラスターの構造によって準安定相の析出を促進する場合(正の効果)と、逆に遅滞・抑止する場合(負の効果)とがある。これらは、二段時効現象(低温と高温での時効を組み合わせるときに生じる組織・特性変化の現象)の本質にかかわるものであり、例えば実用面では、自動車外板等の構造用Al Mg Si合金のベークハード性において、現状技術では解決困難な課題となっている。

本研究では、高分解能電子顕微鏡、AP-FIM(アトムプローブ電界放射型イオン顕微鏡)等の手法を駆使して、その基礎的解明を図り、二段時効を組織制御の有効な手法として確立するとともに、合金開発・プロセス開発の指導原理を確立する。

2) 新ナノ構造組織制御(マイクロアロイング元素利用)

アルミニウム合金では通常、母相との整合性、構造安定性、分散状態等から準安定相・中間相を主強化相として用いている。一方、溶質クラスターは極めて微細に分布することから、運動転位への抵抗力を高め、高強度・高機能化に大きな潜在力を有する。

そこで、ナノクラスターの構造安定

性を飛躍的に高めるために、合金にマイクロアロイング元素を添加し、マイクロアロイング元素のナノクラスターに対する異質核作用を解明することにより、ナノクラスター/母相界面構造を改質、構造安定性を高める。特に、マイクロアロイング元素のなかで、ナノクラスター/母相界面に優先的に局在化する元素を選定し、構造安定的な「デコレーション構造」をつくる。これにより、ナノクラスター/母相界面構造の新規概念に基づく合金設計法を確立する。

3) 無析出帯制御技術

時効硬化型アルミニウム合金では、熱処理によって粒界近傍に異常に析出物の量が少ない、いわゆる無析出物帯(PFZ)が形成される。このPFZは析出物が存在しないことから、強度が弱く、破壊の起点になるとする説と、応力緩和領域として働くとする説があるが、いまだにその効果は不明である。

本研究では、粒界近傍の組織制御並びに粒界近傍の変形挙動の両面からPFZの機構とその制御法について明らかにするとともに、最適化PFZを有する実用アルミニウム合金の創製を確立することを目的とする。

4) ナノマルチ組織制御技術

面心立方構造をもつアルミニウム合金の場合、(111)すべり面上に微細な板状あるいは針状のナノ析出相(約10nm)を分散させれば大きな析出硬化が図られる。特に、アスペクト比が大きい析出相ほど析出硬化はより大きくなる。

上記1)2)3)で得られた技術を組み合わせて、制御された形態[板状、針状]の整合ナノ析出物の微細分散、母相との整合歪の最大化、析出結晶面の制御[(111)面への優先析出]無析

出帯の幅等を最適化したナノ析出相の複分散組織 ナノマルチ組織 をつくり、自動車材等への応用等を視野に入れた高強度、高延性、高成形性及び高信頼性アルミニウム材料の開発を図る。

5) 計算科学によるシミュレーション技術

アルミニウム合金の析出組織は相分解初期の構造変化、すなわち、ナノクラスター生成に大きく依存する。従って、析出組織を制御し最適化するうえで、相分解初期のナノクラスター生成の動力学並びに構造遷移を解明することが重要となる。相分解初期においてはアルミニウム合金の場合、焼き入れ過剰空孔が存在し、原子 空孔間及び空孔 空孔間の相互作用のために複雑な相変態挙動が引き起こされる。また、種々のマイクロアロイング元素を添加すると、ナノクラスター生成の動力学 (kinetics) や空間分布が大きく影響を受ける。

以上の観点から、相分解初期のナノクラスター生成挙動、空孔の挙動並びにマイクロアロイング元素の効果等を、できる限り定量的に解明することが重

要となる。

また、ナノクラスターは極めて微細であり、高分解能電顕等通常の実験的手法で定量的に解析を行うことは極めて困難であり、モンテカルロシミュレーションを行うことが有用となる。

本研究では、アルミニウム二元合金、三元合金及び多元合金について、各原子、空孔間の相互作用パラメータを熱力学的データに基づいて決定し、これらのパラメータを用いてモンテカルロシミュレーションを行い、クラスターサイズ、クラスター数並びにマイクロアロイング原子の存在場所を予測するシステムを構築する。すなわち、モンテカルロ法を用い、すべての原子の移動拡散を空孔を介して起こさせるアルゴリズムを構築し、さらに、同手法を種々の原子間相互作用条件に拡張し、ナノクラスターの生成挙動及び機構を解明する。このような試みはこれまでにほとんど行われておらず、アルミニウム合金のみならず、種々の合金の組織制御に有用な技法を提供するものである。

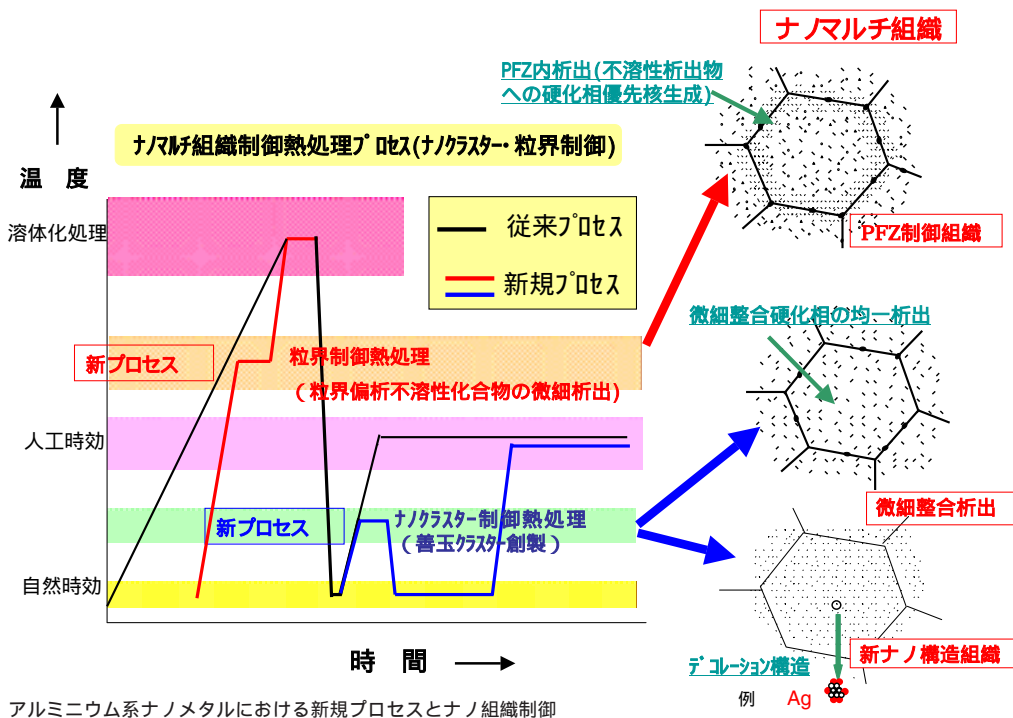
PFZ制御のシミュレーションに関しても同様な手法にて解析を行う。

本プロジェクトでの想定される新規プロセスとナノ組織との関係を下図に示す。

3. 研究体制

アルミ系ナノメタルプロジェクトは、東北大学の石田清仁教授を開発責任者とする「実用金属材料分野ナノメタル技術」グループに所属するが、本年度から約3年間は上記した技術の確立を中心に、東京工業大学 里 達雄教授の指導のもと、古河電気工業(株)、スカイアルミニウム(株)、住友軽金属工業(株)が共同研究グループを構成して、研究を進める。また、九州大学、大阪大学、富山大学及び奈良先端大学からもご指導をいただく。

5年目における研究の最終目標としては、計算科学によるナノ析出過程、無析出帯の形成過程等のシミュレーション技術をベースとしてナノマルチ組織制御技術の指導原理を確立するとともに、経験や勘に頼ることなく、高強度・高延性・高成形性・高信頼性合金の設計並びにプロセス技術の確立を可能とする総合的な技術体系を完成させる。



アルミニウム系ナノメタルにおける新規プロセスとナノ組織制御

第4回「スーパーメタルシンポジウム」を開催

第4回「スーパーメタルシンポジウム」が平成13年12月18日、19日の2日間にわたり、東京国立オリンピック記念青少年総合センターにおいて開催された。このシンポジウムは、JRCMと(財)次世代金属・複合材料研究開発協会(RIMCOF)が共催、経済産業省と新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の後援で開催された。

本年度はプロジェクトの最終年度でもあり、延べ359名の参加者を得て、最新の研究開発成果の報告と実用化についての真剣な議論が行われた。

18日は、招待講演として、日産自動車株常務取締役 総合研究所長 阿部栄一氏：「自動車の目指す方向と材料技術」、技術評論家 星野芳郎氏：「21世紀の材料技術と社会」が行われた。午後からは、鉄系(JRCM)、アルミニウム系(JRCM)、ナノ(RIMCOF)、アモルファス(RIMCOF)の平成12・13年度の成果の総括報告が行われた。



19日は、鉄系、アルミ系とナノ・アモルファスの3つの分科会に分かれて、36件の一般講演とパネル討議や総合討議が行われた。

鉄系分科会

企業より、結晶粒微細化機構の研究成果とプロセスウインドウの拡大を目指した新たな取り組み及び超微細構造解析研究成果が、また、委託大学からは微細結晶粒形成機構の研究、計算科学による組織制御モデル研究成果が報告された。

本年は5年間の総括として、ポスターセッションによる成果の展示・質疑応答と工業化を目指したパネル討議を開催し、参加者も含めた成果の評価・今後の課題整理についての真摯な議論が行われた。その主なものは以下の内容である。

鉄系スーパーメタルの研究・成果は鉄鋼の学術研究の活性化に大きく寄与した。

結晶粒微細化機構のさらなる解明を通じた工業化時の選択肢の多様性の拡大、及び特性と目標組織の明確化が必要である。

溶鋼 凝固 圧延の熱履歴に対応した微細組織化研究の必要性がある。

革新的大応力変形プロセスの基盤研究が必須である。



開会の挨拶を行うJRCM藤原理事長

アルミニウム分科会

アルミニウム分科会では、企業6社及び3大学から平成12年度及び13年10月までに得られた成果の研究発表が行われた。平成12年度において温間制御圧延、溶湯圧延、異周速圧延等の要素技術により、結晶粒径 $3\mu\text{m}$ 、工業的特性1.5倍以上の200mm幅以上の素材開発という目標を達成し、13年度はその実証試験を行っている。特に、溶湯圧延と急速加熱装置の組み合わせにより、結晶粒径 $2.7\mu\text{m}$ を有する幅200mmのコイル化に成功した。この材料の強度、成形性、耐食性、接合性は従来材より優れた特性を示している。結晶粒度の評価法等基礎的な研究についても大学から報告された。

また、今後の実用化の見通しについての総括討論においても、自動車メーカー等のユーザー側から貴重なご意見をいただいた。

21世紀のあかり国際シンポジウムのお知らせ

「21世紀のあかり国際シンポジウム 白色LEDと新しい照明システムへの応用」と題する国際シンポジウムが、新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）主催、経済産業省共催、JRCM後援により、下記の要領で開催されます。

月 日：平成14年3月7日(木)、8日(金)

場 所：日本海運倶楽部

〒102 0093 東京都千代田区平河町2 6 4

TEL 03 3264 1825

参加費：無料

連絡先：JRCM21世紀のあかり推進部
(TEL 03 3592 1283)

概 要：

3月7日(木) 9:30～18:00

基調講演

・「The 21st Century Lighting National Project」

Yamaguchi Univ. Prof. T. Taguchi

招待講演

・「Status of UV Emitters for Solid State Lighting」

UCSB Pro. S. DenBaars

・「Ultraviolet White LEDs and Lighting Applications」

GEIcore/GE Lighting Dr. D. Doxsee

・「紫外LD・白色LEDの開発」

日亜化学工業(株) 成川幸男氏

・「GaN中の転位低減とUV LED」

徳島大学 教授 酒井士郎氏

・「AlGaN紫外LEDの作製」

NTT 物性科学基礎研究所 西田敏夫氏、小林直樹氏

・「ELO技術による低転位密度GaNの成長と評価」

三重大学 教授 平松和政氏

講演 3件(プロジェクト参加社)

ポスターセッション

(プロジェクト参加全13社、JRCM及び山口大学)

3月8日(金) 9:00～12:30

特別講演

・「2050年のTokyo夜景を考える」

照明デザイナー 面出 薫氏

招待講演

・「白色LEDの照明応用」

松下電工(株) 和田成伍氏

講演 4件(プロジェクト参加社)

詳細については、NEDOホームページ(その他の情報：1月21日リリース)をご覧ください。

URL <http://www.nedo.go.jp>

JRCM SCHEDULE

| 開催月日 | 会議・イベント | 場 所 | 担 当 | 備 考 |
|--------|------------------|---------|-------------|---------------------------------------|
| 2月27日 | 第36回評議員会 | JRCM会議室 | 総務企画部 | 理事・監事の選任、他「摩擦撹拌接合(FSW)について」評議員会終了後に開催 |
| 2月27日 | 第19回四次元サロン | JRCM会議室 | 総務企画部 | |
| 3月6日 | 第20回四次元サロン | JRCM会議室 | 総務企画部 | 「21世紀のあかりについて」JRCM後援 |
| 3月7、8日 | 21世紀のあかり国際シンポジウム | 日本海運倶楽部 | 21世紀のあかり推進部 | |

The Japan Research and Development Center for Metals
JRCM NEWS / 第184号

内容に関するご意見、ご質問はJRCM総務課までお寄せください。
本誌は地球環境保全を考慮し再生紙を使用しています。
本書の内容を無断で複製転載することを禁じます。

発行 2002年2月1日

発行人 小島 彰

発行所 財団法人 金属系材料研究開発センター

〒105 0003 東京都港区西新橋一丁目5番11号 第11東洋海事ビル6階

TEL (03)3592 1282(代) / FAX (03)3592 1285

ホームページURL <http://www.jrcm.or.jp/>

E mail jrcm@oak.ocn.ne.jp