

TODAY

産学連携について

横浜国立大学大学院工学研究院
デザインの創生部門

教授 小豆島 明

21世紀の日本が、科学技術立国として発展することを目的とした国家戦略として、科学技術基本法が6年前に立法化された。さらに、昨年度から第2期科学技術基本法が継続され5年間にわたり24兆円が予算化され、日本の科学技術の発展が期待されている。特に、次の4つの重要分野、ライフサイエンス、IT、環境及びナノテクノロジー・材料分野には、産学官連携のナショナルプロジェクトが各省庁において立ち上げられつつある。

このような産学官連携プロジェクトとは別に、産学連携においても大きな変貌を遂げつつある。特に、産学連携を進めるために最近の大学側の変貌が顕著である。具体的には、現在まで多くの大学に企業との共同研究の窓口となるための共同研究推進センターが設置され、多くの企業と大学の教官との共同研究が推進されている。さらに近年、大学が発信する技術を産業界に移転するためのTLOが各大学に設置されるようになり、大学と企業との間の産学連携を積極的に進める組織が出来上がってきた。

本大学においても、平成12年末に横浜市立大学とともに「よこはまTLO(株)」が設立され、大学の教官に対して発明相談会を実施し、大学の教官が発信する特許の出願を行っている。

このような変貌は大学にいる私と同じ世代の研

究者にとっては、大きな変化として認識せざるをえない。私が学生のころの学園紛争においては産学連携が批判され、バブル期ころまでの社会においてはその延長線にあったように思われる。

しかし、バブル期以降このような産学連携に対する批判的な考え方が、肯定的な考え方へと変化していったように思える。その理由は、企業側においては、日本の産業界の技術開発の戦略が改良技術開発から創造技術開発に変化したこと及び、バブル期以降の不景気のため、研究者のリストラの代償を大学の資源に求めていること等が考えられる。一方、大学側においては国策としての受け入れ及び民間企業からの研究費の導入への期待等が考えられる。

しかしながら、これからの産学連携は、バブル期までの高度に技術発展中の企業との共同研究のような産学連携ではなく、大学が主体となって創造的基盤技術を提案し、産業化の可能性を探るものでなければならない。このため、大学側における創造技術開発のための基盤的研究成果の発信が求められている。この目的に沿って産学連携をスムーズに行うため、大学に設置された共同研究推進センターやTLOが有効に機能されなければならない。

この立場を認識するならば、大学の教官は研究・教育に専念し、独自の研究分野を確立して産学連携を進めることが必要である。産学連携がブームになっているのを受け、安易な産学連携に走るのではなく、バブル期以降日本の社会が大きく変化している状況を理解し、大学から社会に対して責任ある産学連携を提案しなければならない。

30年近く大学で研究を続けている者として、大きな日本の社会の変化に戸惑いつつも、この産学連携に対する環境を有意義なものとするため、さらなる研究・教育への専念、責任ある研究成果の発信に努力していきたいと考えている。

鉄系スーパーメタルプロジェクトの研究開発(終了報告)

新日本製鐵(株)鉄鋼研究所鋼材第二研究部 粟飯原周二

1 はじめに

鉄系スーパーメタルの研究開発プロジェクトは、経済産業省の産業科学技術研究開発制度の一環として、JRCMが新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)からの委託を受けて、1997年に開始した。本プロジェクトでは、新日本製鐵(株)、NKK、川崎製鐵(株)、住友金属工業(株)、(株)神戸製鋼所の5社及びJRCMで研究体を組織し、5年間にわたる研究開発を実行し、2002年3月末に終了した。

鉄鋼材料の結晶粒を細かくすると強度が上昇することは、Hall-Petchの法則として古くから知られている。合金元素の添加によらず鉄鋼材料の強度を高めるためには、結晶粒の微細化が最も優れた手段であり、同時に、リサイクル性を向上させることも期待される。

80年代に実用化が図られたTMCP(Thermo-Mechanical Control Process)技術は、合金元素添加を極力抑えて強度・靱性を向上させるものであるが、フェライト結晶粒径で $5\mu\text{m}$ 程度が限界であった。Hall-Petchの法則に従えば、フェライト結晶粒径を $1\mu\text{m}$ 以下にすれば、引張り強さが400MPaクラスの単純成分鋼で、800MPa級の高強度を達成できると予測される。同時に、靱性をはじめとする諸特性の向上も期待できる。

一方、強磁場中における鉄の相変態に関しては従来からも知見があったが、本格的な研究は少なかった。強磁場中の相変態と加工を組み合わせることにより、新しいマイクロ組織の創製が期待された。

このような観点から、本プロジェクトにおける最終目標として、「均一な複相組織鋼化によって、結晶粒径が $1\mu\text{m}$ 程度以下で、1mm以上の厚さをもつ微細組織鋼の創製技術を確立すること」が設定された。

本稿では、本プロジェクトで得られた成果の概要を紹介する。

2 超微細粒鋼創製の到達点

TMCPにおける細粒化の限界を打ち破るためには、変態や再結晶の駆動力を効率的に高め、生成核の個数を飛躍的に増大させることと、生成した結晶粒の成長を徹底的に抑制すること、の両者に対する対策が必要である。このような観点から、主に熱間加工シミュレータを用いて、数mmサイズの小型サンプルにより種々のプロセスの検討を行った。

その結果、変態や再結晶の生成核の個数を増大させるためには大歪加工が有効であること、また、粒成長を抑制するためには炭化物等の微細粒子を利用することが有効であること等が明らかとなった。

$1\mu\text{m}$ 程度の結晶粒を得るための種々のアプローチを検討してきたが、Type-I:準安定オーステナイト()領域での大歪加工後変態、Type-II:フェライト+セメントイト(+)あるいはフェライト+オーステナイト(+)の複相域での大歪加工後再結晶及び、Type-III:域大歪加工後加工発熱による逆変態・正変態の3種類のアプローチ(図-1)についての有効性が見いだされた。以下に、各Typeにおける超微細粒鋼創製研究の結果について、概要を述べる。

Type-I:準安定オーステナイト()領域での大歪加工後変態

通常のTMCPにおける加工温度は 750°C 以上であるが、加工前の冷却速度を高めて過冷却を大きくとること、大歪加工を組み合わせることにより、超微細組織が得られることが明らかとなった。小型サンプルにおいて、加工前冷却速度を $50^\circ\text{C}/\text{sec}$ とし、通常はベイナイト変態が生じる 530°C で大歪加工を行うと、 $1\mu\text{m}$ 以下の微細で等軸のフェライト組織が得られた。「歪誘起極低温拡散型変態(SALT)」

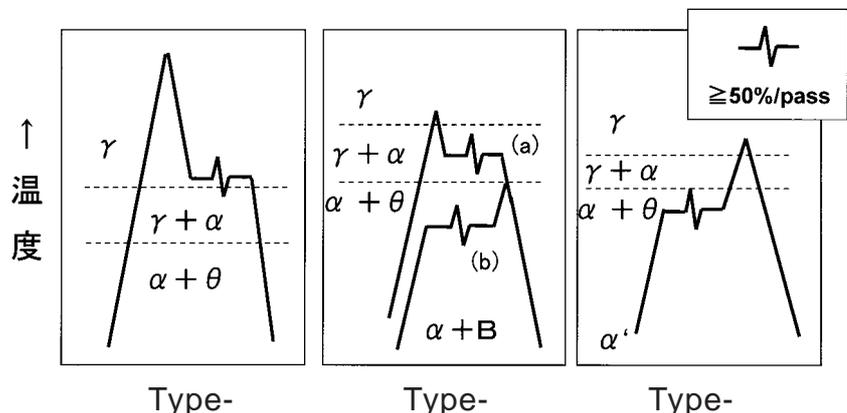


図-1 超微細粒鋼創製の圧延プロセス(模式図)

が生じたものと考えている。

通常の 域加工では転位セル組織が形成されるが、本研究で実施したような 極低温域大歪加工では、転位が集積した直線的なバンド状の特異組織が形成される。この下部組織は、比較的高温長時間保持しても維持されており安定である。これが超微細組織形成に深く関与しているものと考えている。さらに、低温における大歪加工前の粒径を小さくしておくことにより、加工条件の緩和が可能である。

Type-II：フェライト()域大歪加工後再結晶

低温で加工した を、熱処理して再結晶させることにより、微細組織が得られることは従来から知られていたが、1 μ m以下の微細組織を得ることはできなかった。本研究では、 域大歪加工に加えて、微細なセメンタイトやTi炭化物等の微細第2相を利用することにより、さらに組織の微細化を実現できることを発見した。 域(700)で真歪量を2以上にすると、1 μ m以下の等軸微細 組織が得られることを小型サンプルで確認した。

本プロジェクトで導入したFE-TEM-EBSP装置により結晶方位を詳細に測定した(写真・1)。大傾角粒界に囲まれた等軸で微細な結晶粒が生成していることがわかる。加工により生じたセル組織が加工歪の増大とともに結晶回転し、連続的に大傾角粒を形成する「動的

連続再結晶」によりこのような超微細粒組織が生成されたものと考えている。

Tiを添加した鋼ではさらに微細化が顕著であった。Ti炭化物が粒成長抑制に寄与したものと考えている。また、 / 2相域加熱・大圧下圧延においても、再結晶と逆変態 相による再結晶粒成長抑制により超微細粒組織が形成されることを確認した。

Type-III： 域大歪加工後加工発熱による逆変態・正変態

微細な 粒を得るためには変態前の 粒を微細化することが有効であり、これまでも加熱・冷却の繰り返しによる変態と逆変態の利用等で組織の微細化が可能であることは知られていた。Type-IIIのプロセスでは、変態点直下の 域における大歪加工とそれに伴う加工発熱を利用して逆変態を誘起する「加工発熱誘起逆変態(SRT)」を利用している。すなわち、0.3%C-9%Niの成分鋼を550 で種々の歪を与える、真歪量が1.2の大歪加工で、0.5 μ mの非常に微細なマルテンサイト組織が小型サンプルで得られ、硬さも顕著に上昇した。加工発熱による超急速加熱により自発的に逆変態とその後の正変態が生じ、非常に微細なマルテンサイト組織が形成されたものである。

加工発熱による自発的逆変態の挙動には不明な点が多かったが、本プロジ

ェクトで導入したin-lens SEMによる詳細解析を行ったところ、加工前組織中のセメンタイトが溶解して微細な逆変態 が成長していく様子をとりえることに成功した。共析組成であり、2相域温度域が非常に狭いために、逆変態が短時間で生じていると考えられるが、回復・再結晶による微細化効果も重畳している可能性も示唆された。

本プロジェクトでは、既存実験設備を増強して、圧延1パス当たり50%以上の大圧下を可能とした多機能統合型圧延実験設備(写真・2)を用いて、大規模圧延実験を行った。どのプロセスにおいても板厚5mm程度の鋼板で、1 μ m程度の結晶粒径を有する超微細粒鋼が創製できた。

3 強磁場利用による超微細粒鋼創製

強磁性である 鉄は、強磁場の印加によりその自由エネルギーが低下することから、磁場をマイクロ組織制御に利用できる可能性が古くから指摘されてきた。しかし、マルテンサイト変態促進効果以外に、高温における強磁場の効果に関する研究は少なかった。本プロジェクトでは、ボア径100mmで最大12テスラの超伝導磁石を導入して、本格的に強磁場中での組織制御の研究を行った。

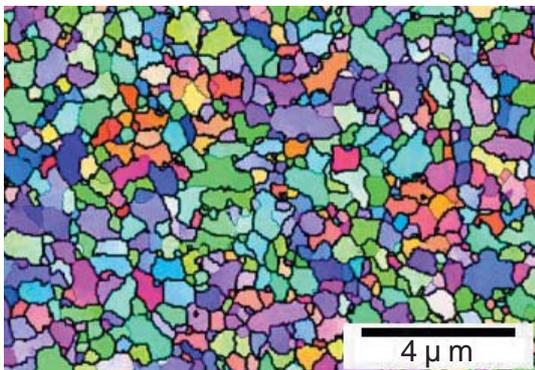


写真 - 1 超微細粒鋼の結晶方位マップ



写真 - 2 本プロジェクトで導入した多機能統合型実験圧延設備

炭素鋼を強磁場中で逆変態させると、磁場の印加方向に配向した特異な組織が得られることを発見した(写真-3)。この組織を急冷して凍結し、配向方向と垂直に室温で加工歪を与えて焼鈍再結晶させると、微細組織が得られ、磁場を印加しない場合に比べて加工歪量を低減できた。正変態でも同様な配向組織が得られた。域加工、強磁場中2相域変態後の冷間加工・焼鈍再結晶により、Ti添加鋼で約1 μm の超微細粒鋼が創製できた。圧延方向に配向した硬質相が存在すると、圧延時に局所的な歪が上昇することがFEM解析から推定された。これが再結晶を促進し、超微細粒形成条件の緩和をもたらしたものと考えている。

4 超微細粒鋼の諸特性

上記のとおり、本プロジェクトで開発した超微細粒鋼創製の各プロセスを実験室圧延実験に適用し、結晶粒径が約1 μm で、板厚が5mm、幅が100mm以上の圧延鋼板を創製することができた。これら超微細粒鋼について各種の特性評価試験を実施した。以下に、これらのうち主要な結果について紹介する。将来の実構造部材への適用を想定すると鋼板自体の特性だけでなく、接

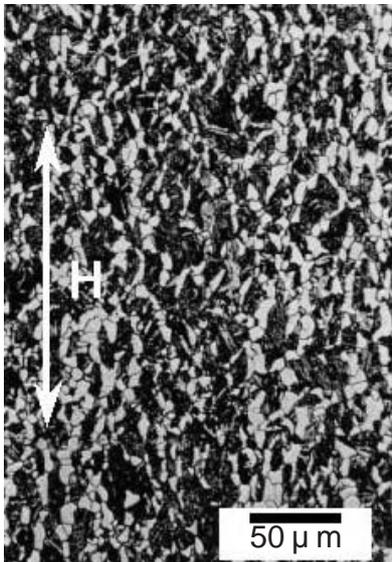


写真-3 強磁場中相変態により生じた磁場配向組織(上下方向が磁場印加方向)

合をはじめとする加工特性の評価が必要であり、各種の接合法による継手特性も探索調査した。

(1) 強度・伸び特性

図-2に、降伏強度・引張強度の結晶粒径依存性を示す。Hall-Petchの法則から予測されるとおり、結晶粒径の $-1/2$ 乗に比例して強度が上昇する傾向が認められたが、特に1 μm に近い細粒組織では引張強度の上昇が顕著である。これは、本プロセスで創製された超微細粒鋼はフェライトとマルテンサイト、あるいはフェライトと微細セメンタイトの複相組織を呈しており、硬質相による強度上昇への寄与があるためである。一般に、フェライト単相組織では、結晶粒の細粒化に伴う引張強度の上昇は降伏強度のそれよりも小さいために、加工硬化が小さくなるので伸びは減少する。

超微細粒鋼では伸びの減少が懸念されていた。しかし、本プロジェクトで創製された超微細粒鋼は上記のように軟質と硬質の複相組織を呈しているために、超微細粒でも優れた加工硬化能を有している。このために、1 μm 程度の粒径でも20%以上の全伸びを有することを確認している。

(2) 靱性

シャルピー衝撃試験における延性靱性破面遷移温度はHall-Petch型の結晶粒径依存性を示し、1 μm 程度の結晶

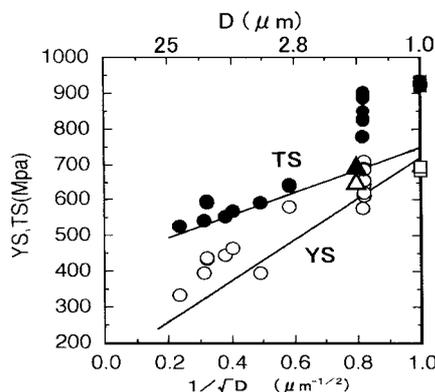


図-2 降伏強度(YS)と引張強度(TS)の結晶粒径D依存性

粒を有する本開発鋼では、液体窒素温度(-196)でも脆性破壊を生じないことを確認した。しかし、結晶粒微細化に伴い、上部棚吸収エネルギーが低下する。集合組織によりセパレーションを生じるのがエネルギー低下の原因と考えている。圧延の制御によりできる限り集合組織を弱くする工夫が必要であり、今後の課題の一つである。

(3) 疲労強度

本プロジェクトで創製した超微細粒鋼の疲労強度は高く、疲労限度比(疲労限/引張強度)は約0.6で、疲労限度比が高いとされる固溶強化鋼と同程度である。すなわち、結晶粒微細化に伴う静的強度の上昇に比例して疲労強度も上昇するので、疲労設計上も有利であるといえる。応力繰返し数による疲労き裂の発生・進展をSEMで詳細観察した結果、発生したき裂の進展が抑制されていることがわかった。初期き裂が小さいためにき裂進展の駆動力が小さいことに加えて、硬質相によるき裂進展阻止効果が作用しているものと考えている。

(4) 高温引張特性

結晶粒が極めて微細な金属では、結晶粒界のすべりによる超塑性現象が起こり、延性が著しく向上することがある。本プロジェクトで創製した超微細粒鋼の高温引張試験を行い、延性向上の可能性を探索した。1 μm 粒径の超微細粒鋼では、750で破断伸びが200%に達した。結晶粒微細化に伴う超塑性的な現象が生じたものと考えている。新たに発見した本特性は、新しい接合法や成形加工への適用が期待される。

(5) 接合部特性

超微細粒鋼は結晶粒の微細化により強度を上げている。接合により微細組織が破壊されると継手強度の低下をもたらす可能性があり、詳細な検討が必要である。各種接合法を本プロジェクトの超微細粒鋼に適用した継手の特性

を評価した。従来接合法であるアーク溶接に加えて、レーザ溶接、摩擦攪拌接合 (Friction Stir Welding) 等の継手特性を評価した。レーザ溶接はアーク溶接に比べて急速加熱急速冷却の熱履歴が作用するために、大きな軟化域を生じない。このために、継手強度は母材とほぼ同等であった。超微細粒鋼に適した接合法といえる。

また、FSW接合では結晶粒粗大化が顕著な高温に曝される程度が低いので、継手強度の低下は小さい。ただし、継手部靱性は母材のそれより低下するので、他の技術との組み合わせによる靱性改善が必要である。

(6) その他

上記以外にも、耐食性評価、耐遅れ破壊特性 (超微細粒マルテンサイト鋼) 等を評価し、従来鋼に比べて特性が向上する場合があることを確認した。

5 超微細粒鋼マイクロ組織と材質の予測モデル

前述のとおり、本プロジェクトにおいて、約1 μ mの粒径を有する超微細粒鋼の創製を達成しているが、結晶粒微細化の機構にはいまだ不明な点が多く、冶金的な製造条件の最適化やプロセスウィンドウ拡大のためにも、細粒化の機構解明と影響因子の定量化を進める必要がある。かかる観点から、計算科学によるシミュレーション手法の開発を行った (神戸大学への外部委託研究を含む)。

熱間・温間域における大歪加工によって生じる結晶粒内の不均一変形を、結晶方位異方性を考慮した多結晶体有限要素法で解析し、これによって得られた歪分布を初期条件とし、モンテカルロ法を用いて再結晶の進行をモデル化する計算手法を確立した。変形帯に沿って再結晶が優先的に進行する様子が再現できている。さらに、定量的評価を可能とすること、また、歪粒界の

形成と大傾角粒界への連続的変化のシミュレーションも必要であると考えている。

一方、本プロジェクトにおける超微細粒鋼は細粒フェライトと硬質相の複相組織を呈しており、これが優れた強度 - 伸びバランスをもたらしていることはすでに述べたとおりである。しかしながら、超微細粒鋼における複相組織形態と機械的特性との関係については不明確な点が多かった。

これを解決するために、均質化有限要素法を用いた解析手法を新たに開発した。本解析手法により、従来は困難であったマイクロ組織サイズの影響を考慮することが可能となり、フェライト・セメンタイト複相組織鋼の強度を最大とするための最適なセメンタイト寸法が存在することが示唆された。将来、このモデルを発展させて、実用鋼のマイクロ組織最適化設計へ適用できるようになることが期待される。

6 超微細粒鋼創製における課題

本プロジェクトでは、大歪加工圧延による超微細粒鋼の創製を実験室レベルで研究してきた。これを将来、工場レベルで実現するための技術課題について調査を実施した。厚板圧延、ホトストリップミル等を対象として圧延荷重の評価検討を行ったが、低温圧延のために鋼の変形抵抗が高くなることもあり、1パス当たりの圧下を50%以上確保するためには、圧延荷重が極めて高くなる計算で確かめられた。既存の圧延に比べて極めてきびしい条件となる。メタラジーの観点からは、多パス圧延分割等、大歪加工条件の緩和を検討する必要がある。

一方、強加工に伴う鋼板表面の肌荒れ、圧延ロールの潤滑・耐久性、圧延機械装置及び駆動系的大型化等、解決すべき技術課題も残されている。

7 成果まとめと今後の課題

「鉄系スーパーメタル」プロジェクトでは、大歪加工を基本とした超微細粒鋼創製について基本メタラジーの研究を行い、これに基づいて実験室圧延機を用いた大規模試験を実行し、板厚が5mm、板幅が100mm以上で、ほぼ1 μ mの結晶粒径を有する超微細粒鋼を創製することに成功した。また、結晶変形・再結晶・相変態等、鉄鋼メタラジー研究に対しても多くの新知見を与えることができた。

本プロジェクトで創製した超微細粒鋼は合金元素を増加することなく、900MPa級まで引張強度を増加させることができた。強度・延性バランス、靱性、疲労特性、継手特性等、優れた特性を有することが確認された。

将来、本技術を工業規模で実現するために解決すべき課題が多く残されている。大歪加工を前提としたメタラジーをさらに発展させて、プロセスウィンドウの拡大を図るとともに、これを実現するために必要とされる圧延等の新技術を確立する必要がある。さらには、超微細粒鋼を実構造部材に適用することを想定して、加工・接合も含めた諸特性の調査・向上が必要である。

8 おわりに

以上述べたように、本プロジェクトは当初の目標を大幅に超えて終了することができたが、このことはプロジェクト参加者のみならず、経済産業省製造産業局鉄鋼課、NEDOをはじめとする関係各位のご協力と、各大学の先生方のご指導とによるところが大きい。改めて感謝の意を表して、本稿を終わりたい。

この内容はNEDOからJRCMへの委託研究「スーパーメタルの研究開発」の一部を紹介したものである。

The Japan Research and Development Center for Metals
JRCM NEWS / 第191号

内容に関するご意見、ご質問はJRCM 総務企画部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写複製転載することを禁じます。

発行 2002年9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