

財団法人 金属系材料研究開発センター

2011.5 **No.295**

TODAY

産・学・官を経験して思うこと



経済産業省 製造産業局 ファインセラミックス・ナノテクノロジー・材料戦略室 産業戦略官 北岡 康夫 (元 大阪大学大学院 教授)

2010年3月のある日、研究科長から突然電話がありました。「北岡先生ですか。経済産業省への出向の話があるのですが、如何でしょうか。一度、考えてもらえませんか。」はじめは、大学教員にも転勤があるのか、と戸惑いました。大学間の人事交流は聞いたことがありましたが、官僚と大学教員の人事交流など聞いたことがありませんでした。研究活動や教育活動の継続に不安を覚えながらも、産業界や大学も含め、リーマンショック後の社会に対して閉塞感を感じていたところでしたので、何か新しい知見が得られるのではないかと思い、引き受けることにしました。

私は、大学卒業後、大手電機メーカに入社し、技術者 として15年間勤務しました。その後、大学で勤務した のち、昨年秋に、経済産業省へ異動しました。

電機メーカ時代には、高密度光ディスク(DVDやBD) 用光源の開発を担当し、様々な仕事を経験しました。この期間に学び、今役に立っていることをいくつかまとめると、①材料技術開発には時間を要するが材料発見はイノベーションのきっかけとなる、②商品化には材料屋からシステム屋まで多岐に亘る多くの人材の関与が必要である、③商品化の成功には規格化が不可欠であり技術力と戦略性が必要である、④技術開発を進めるうえでコスト意識は常に重要である、⑤結局最後は人と組織力である、などであります。

大学時代には、経済産業省の支援を得て「社会人基礎力育成プログラム」を実施しました¹⁾。産業界がグローバルな視点での活動を広げる中、求める人材像に対して、産業界と大学の間にズレが生じつつあると感じておりました。終身雇用が崩壊しつつある今、学生にとって一番重要なことは、自分の価値に気づき、それをできるだけ最大化して世の中に伝え、活用できること、であるという主旨でプログラムを推進しました。プログラムの中で

はコミュニケーション力を重視し、単なる語学力や会話力だけでなく、自分の考えをもち、相手の意見を聞き、グローバルに意見をぶつけあって戦う力だと教授してきました。今、日本の技術力や研究力は世界トップレベルにありますが、一方で学生が海外に目を向けなくなっていることも心配要素の一つです。企業の採用においても、①専門力(学力)をもっているか、②論理的に考えているか、③語学力(TOEIC)があるか、などが試されています。日本の場合、入学試験は厳しいですが、卒業基準があまり明確でないことが、今の就職難を招いているのではないかとも考えています。産業界も、もう少し具体的に社会で求められる能力を明確化し、大学に伝えることも重要ではないでしょうか。

経済産業省には、昨年10月1日に赴任しました。昨年7月に公表された「中国のレアアースに関する下半期の輸出枠が昨年比7割減」の報道が発端となり、レアアース問題が顕在化した頃でした。私自身も、サプライチェーンを見直しながら、先進部素材に必要不可欠なレアアースやレアメタルを特定し、最終製品への影響について検討を致しました。同時に、多くの企業を訪問させて頂き、レアアースやレアメタルだけでなく、多くの先進部素材産業の現状に関して議論をさせて頂きました。このような先進部素材は、国内の出口産業を支えているだけでなく、台頭する韓国・中国に対して供給を行っており、大きな貿易黒字を生み出しています。

本年3月11日に発生しました東日本大震災につきましては、被災された多くの皆様にお見舞い申し上げます。東北地方や北関東には、多くの先進部素材企業の生産拠点がございます。エネルギー供給の問題で計画停電などを実施したことで生産量が低減し、これにより多くのセットメーカに影響が及びました。ここでも、日本だけでなく世界の製造産業にとって、日本の先進部素材産業がサプライチェーンの中核産業を担っていることが認識できました。

先進部素材産業は、今後ますますグローバルな競争が激しくなると思われますが、日本が誇る先進部素材産業をさらに強化するため、新たな国家プロジェクトの構築や実施するための拠点づくりなどを検討して参りたいと思います。

2011年度が、皆様にとって、将来の実りを確かなものとする布石を打つ年となることを大いに期待しております。

参考文献

1)「社会人基礎力育成の手引き」経済産業省編 朝日新聞出版

JRCM REPORT

NEDO「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発」における 内部起点疲労破壊サブグループの活動(3)

(転動疲労メカニズム明確化のための介在物およびき裂の3D観察技術) 株式会社神戸製鋼所 土田 武広 独立行政法人理化学研究所 横田 秀夫

1. はじめに

本研究サブグループでは、「材料力学と材料因子の両方を考慮した世界初の転動疲労の寿命予測式を構築し、目標寿命に対する介在物サイズの臨界値を得る」ことを最終目標とし、図1の研究体制のもとで、素過程である局所損傷・き裂発生、き裂伝播・停留を実験的に評価・解析する共通基盤技術の開発、これらの現象を予測するシミュレション技術の構築を推進してきた。その結果、剥離メカニズムがほぼ明確となり、サイズ情報既知の介在物を起点とした膨大な剥離寿命データの取得とあわせて、最終目標達成に目処を得ている。

本報では、内部起点の剥離メカニズム明確化のために 不可欠であった評価・解析技術のうち、介在物からのき 裂発生進展状況の3D観察技術について紹介する。

2. 介在物およびき裂の3D観察技術の重要性とその概要

本プロジェクトにおいては、材料内部に存在する介在物を起点とした疲労破壊のメカニズムを明確化することが重要なポイントであるため、疲労き裂を直接観察することが必要不可欠である。しかしながら、従来のようにある1断面の観察だけでは介在物形態とき裂の全体像を把握することは難しかった。また、本プロジェクトで開発した転動疲労における介在物周囲の応力シミュレーションによる計算の結果、き裂は、介在物の角ばった部分から転動面に対して若干傾いた方向に発生することが

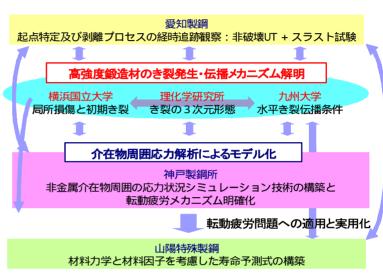


図1 内部起点疲労破壊サブグループの研究体制

予想された。その妥当性を1断面の観察結果だけから判断することは難しかった。そこで、プロジェクトでは新たに3D観察技術の開発に取組んだ結果、介在物とき裂の全体像を把握することが可能となり、シミュレーションの妥当性の検証にも成功した。

3D 観察には、断面を連続的に観察して得られた断層 写真を 3D 再構築する方法を採用した。観察対象とする 介在物サイズは数 μ m~数 10 μ m程度であるが、観察 領域や分解能の点ですべてを 1 つの方法で観察すること は難しいため、比較的広い視野の観察が可能な精密切削(理化学研究所にて実施)と、高分解能が期待できる FIB-SEM(神戸製鋼所にて実施)の 2 通りについて検討した。本プロジェクトにおける 2 つの 3 D 観察方法と従来法(湿式研磨)の特徴を**表 1** にまとめる。精密切削を 利用した 3 D 観察では、、数 10 μ m以上の介在物とそこ

表 1 本プロジェクトにおける 3 D 観察方法と従来法の比較

比較項目	本プロジェクト		従来法
	精密切削	FIB-SEM	湿式研磨
セクショニング方法	超音波振動切削	FIB(収束イオンビーム)	湿式研磨
観察方法	光学顕微鏡	SEM	光学顕微鏡(またはSEM)
セクショニング間隔	0.5 µ m∼	5nm∼	数μm~
観察領域	数mm×数mm×数mm	数10μm×数10μm×数10μm	数mm×数mm×数mm
観察分解能	40nm∼	5nm∼	5nm~(SEMの場合)
所要時間 (例:400断面の場合)	数時間~数日	数時間~数日	数10日~数ヶ月
本プロジェクトでの 観察対象	・数~数10μmの介在物 ・初期き裂、き裂進展状況	・1~20μmの介在物 ・初期き裂	

から発生するき裂を高効率に観察で きる反面、数μm以下の介在物や微 小なき裂の観察には限界がある。一 方、FIB (Focused Ion Beam) と SEM の組合せによるシリアルセクショニ ング観察では、高分解能が得られる 反面、観察視野がせまい。これら2 つの3D観察方法でお互いの短所を 補完することで、対象とする介在物 サイズすべての観察が可能となって いる。なお、観察に際し、あらかじ めき裂を伴った介在物の存在位置を 知る必要があるため、超音波探傷(愛 知製鋼にて実施) で介在物を検出し た試験片を用い、転動疲労試験を実 施して3D観察を実施した。

3. 精密切削を利用した広視野領域の鋼中介在物および き裂の観察技術

理化学研究所では、材料や工業製品内部に存在する空 隙や欠陥などの介在組織形態や分布をサブミクロン分解 能で3次元観察するため、精密加工技術を利用した逐次 断面切削観察(シリアルセクショニング観察)システム の開発を行ってきた。本プロジェクトにおいては、理化 学研究所で開発が進められている硬組織対応型3次元内 部構造顕微鏡に、鉄鋼材料の精密切削加工に有効な超音 波楕円振動切削用の装置を搭載することで、軸受鋼内部 構造のシリアルセクショニング観察を実現した。本シス テムでは光学式顕微鏡により鏡面加工された材料表面を 多断面にわたって撮影し、内部に存在するき裂や介在物 の形態とその深さ方向分布を観察する。従来、金属材料 表面の鏡面生成は研磨によって行われてきたが、研磨で は試験片除去厚さの正確な見積もりや切断 - 観察プロセ スの自動化が難しいことから、多断面にわたるシリアル セクショニング観察には手間と時間を要し、3次元分の データ取得は困難であった。本システムでは精密切削技 術を利用することにより、この観察プロセスの完全自動 化と高速化に成功した。従来の研磨作業では手作業によ り数か月を要していた多断面観察を、本システムでは人 手をかけず数日あまりで実施できる。光学顕微鏡観察に おいては、観察面は最大粗さ 100nm 以下の鏡面となる 必要がある。特に高倍率顕微鏡による観察を多断面にわ たって実施するためには、より精密な鏡面の生成と長距 離の切削、正確な撮影位置決め性能が要求される。図2 に軸受鋼内介在物の3次元分布観察の一例を示す。断面 内の測定分解能は顕微鏡のレンズ倍率と CCD カメラの解 像度に依存する。本観察では 200 × 200nm に設定した。 一方、深さ方向の分解能は切削厚さに依存し、本観察で は 2 μ m である。試料観察面 3 × 3mm 領域の鏡面仕上 げと観察に要する時間は1断面あたり1分であり、400 断面の観察を7時間以内に完了することができた。なお、

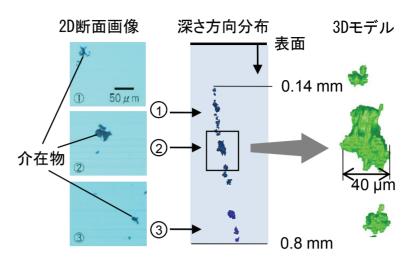


図2 軸受鋼内部介在物の形態と分布の観察

現行のシステムでは最高分解能 40 × 40nm の表面観察 と 0.5 μ m の薄層除去を実現している。また、顕微鏡観 察像では介在物とき裂の区別が難しいことから、観察シ ステムにき裂を選択的に検出するための蛍光色素染色観 察プロセスを導入した。この観察では、加工面に蛍光色 素を塗布し、き裂や空隙など凹部に色素を浸潤させた後、 新生面の生成を行う。加工の際に表面の蛍光液は除去さ れ、き裂部にのみ蛍光色素が残留する。この表面を蛍光 顕微鏡により観察することで、き裂の進展状態を診断で きる。図3に介在物とき裂観察の一例を示す。通常光観 察では介在物とき裂の正確な形状を観察することができ る。そして、蛍光顕微鏡観察により、通常光観察でみら れた組織像からき裂部を識別することができる。本シス テムはサブミクロンスケールの正確な位置決め機構を有 するため、試料表面を移動しながら顕微鏡観察を実施す ることで、分解能を低下させず、広領域の観察が実現で きる。

4. FIB-SEM による高分解能な鋼中介在物およびき裂の 観察技術

神戸製鋼所では、分解能の面で有利な SEM と FIB (Focused Ion Beam) の組合せによるシリアルセクショニング観察を検討した。FIB-SEM を本プロジェクトに適用するにあたり、微細な介在物とき裂が観察できる FIB 加工断面の品質(加工痕のない表面)を確保しつつ、加

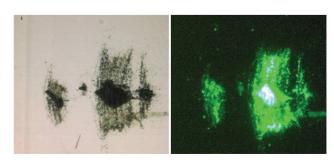


図3 介在物の通常光観察像(左)と蛍光観察像(右)

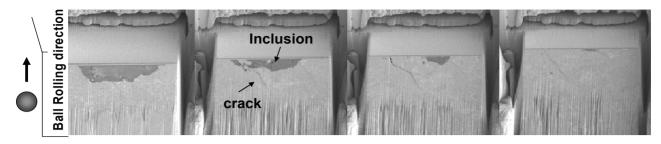


図4 非金属介在物とき裂の FIB-SEM 連続写真の一例(2.79×10⁶ 回負荷)

工時間をできるだけ短くして広範囲の観察ができるよ うにビーム条件を最適化した結果、一例として 30 μm × 30 μ m× 20 μ m程度の領域について、0.2 μ m間隔 で150枚の断面SEM写真を約5時間で取得できるよう になった。それでも観察視野が限られるため、観察に際 しては、予め断面に介在物が現れるまで従来法の湿式研 磨を行い、残った部分について FIB-SEM による 3D 観察 を実施している。図4に観察結果の一例を示す。最大面 圧 5.3GPa で 2.79×10^6 回負荷を与えた試験片について FIB-SEM で取得した断面写真の一部である。このように 取得した断面写真において、き裂と介在物を明確に示す ため介在物の輪郭とき裂をマーカーでトレースし、介在 物表面とき裂のみを3次元再構築したものの一例を図5 に示す。き裂は、転動体の移動方向に対して介在物の前 方と後方を起点として発生し、それぞれ前と後ろに進展 していることが明確である。これらの観察結果は、応力 シミュレーションによる解析の妥当性を示すものである と考えられる。

5. おわりに

現在、当サブグループでは、最終目標「材料力学と材料因子の両方を考慮した世界初の転動疲労の寿命予測式 を構築し、目標寿命に対する介在物サイズの臨界値を得 る」に対し、より高精度で実用化のために活用できるレベルをめざして、上述の3D観察技術のほか、開発した各種評価・解析技術を種々の介在物起点の転動疲労に適用し、データの蓄積と解析を進めている。

また、本稿で紹介した3D観察技術は、本プロジェクトにとどまらず、各種鉄鋼材料において介在物やき裂発生・進展に関わる研究開発への適用が期待できる。

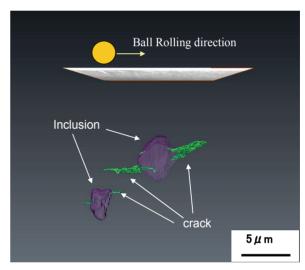


図5 観察された介在物起点の転動疲労き裂の 3次元像の一例

お知らせ

【人事異動】

○平成23年3月31日付け深川信

[旧] 鉄鋼材料研究部 主席研究員 [新] 住友金属工業株式会社

○平成23年4月1日付け 吉田 周平

[旧]住友金属工業株式会社

[新]鉄鋼材料研究部 主席研究員

[新人紹介]

①出生地 ②生年月日 ③最終学歴 ④職歴 ⑤仕事に対する期待 ⑥趣味、特技、資 格等



吉田 周平 (よしだ しゅうへい) ①京都市生まれ ② 1953 年 6 月生ま れ

③京都大学工学部資 源工学科卒業

④ 1976 年住友金属工業入社。中央技術研究所(現、総合技術研究所)

での石炭・コークスの研究を経て、 鹿島製鉄所でコークス製造技術に 従事。その後本社勤務も経験。そ の間、ナショプロで推進していた SCOPE21の技術開発にも携わる。

⑤「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発」の一部を担当します。H23年が最終年度ですので、関係各位の協力を得てその成果をまとめていきたいと考えています。

⑥趣味:山登り、旅行など

The Japan Research and Development Center for Metals

JRCM NEWS /第295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 2011年5月1日

発行人 小紫 正樹

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

T E L (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