

財団法人 金属系材料研究開発センター

■ 1998.11 No.145

## JRCM REPORT

- ・スーパーメタル（鉄系）研究進捗状況 ..... P2
- ・新役員の紹介 ..... P6

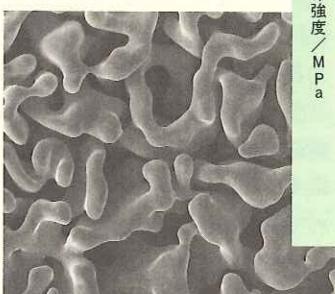
TODAY

## 極限への挑戦

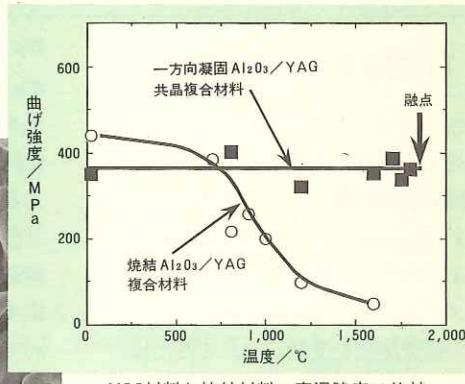


株超高温材料研究センター  
株超高温材料研究所

代表取締役社長 萩原定秀



MGC材料の特徴的な単結晶の網の目構造



MGC材料と焼結材料の高温強度の比較

研究開発体制整備法に基づいて平成2年に設立した株超高温材料研究センターは超高温材料の研究開発に必要な施設・設備を整えてこれを広く国内外の研究開発に利用していただき、この分野の新材料の開発に貢献してきた。また、株超高温材料研究所は主にこのセンターの設備を活用して、委託試験評価及び委託研究（共同研究）、情報交流等を行う民間セクターでセンターに併設されている。

来る21世紀の科学技術に期待される地球規模の課題は地球温暖化防止、環境問題、省エネルギー等がある。これを解決するには種々のガスタービンの入口ガス温度を高くして効率をアップさせること、この結果として化石燃料を節約し、またCO<sub>2</sub>による地球温暖化防止も可能となる。このためには現在使用されている超合金より優る有力な候補材料として高融点金属の合金、金属間化合物、セラミックス、炭素やセラミックスをマトリックスとする複合材料等が挙げられる。

当センターの材料創製装置はこのような耐熱材料の研究開発に必要な種々の装置が設備されており、またキログラムオーダーの試料の試作が可能である。

特長ある設備は温度範囲約2,500°C、圧力10,000

気圧の創製設備、また組織制御の可能な加工設備、約2,000°Cまでの機械的特性、熱物性構造解析の装置、及び耐環境特性の測定装置等が整備されており、直接利用、また委託試験、委託研究利用ができる。

これら設備を利用し、新規機能性材料の開発分野にも拡大されつつある。

研究所における最近の研究トピックスの一例を紹介する。2種類の酸化物セラミックスを共晶組成に配合し、融液からの共晶反応を利用して一方向凝固法により製造される一方向凝固共晶セラミックスは、同じ組成の焼結材料に比較して、著しく高温強度の改良がなされる。この材料はMGC（Melt Growth Composite）と名付けられ、網の目構造の単結晶同士が三次元的に連続して絡み合った新しい組織構造と、非晶質相が存在しない比較的整合性のよい界面からなる新しいタイプのセラミック複合材料である。

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>—YAG系の例では、常温の曲げ強度が融点（約1,820°C）の直下である1,800°Cまでほとんど低下しない、高温度（1,700°C）の大気中で1,000時間保持しても強度の変化や組織成長が認められず熱的に安定な材料である、高温では転位の運動

により金属のように塑性変形能を示す等、従来のセラミック系高温材料には見られない高温特性を有する。この材料の密度は4.2g/cm<sup>3</sup>であり、現在タービンブレード等に使用されている超合金の8.0~9.0g/cm<sup>3</sup>よりかなり軽く、比強度の点でも有利である。

この材料の開発はまだ緒についたばかりで、解決されるべき課題も多いが、新しい発想と新しい研究手法の融合により、実用化への課題も確実にクリアできると考えている。

皆様のご指導、ご支援をお願いする次第である。

## JRCM REPORT

# スーパー・メタル（鉄系）研究進捗状況

研究開発部

## 1. 研究開発の目的と体制

当財団は、平成9年度より5年計画で通商産業省工業技術院の産業科学技術研究開発制度に基づく新規プロジェクト「スーパー・メタルの技術開発」(図-1)のうち、鉄系及びアルミニウム系メゾスコピック組織制御材料創製技術の研究開発を受託した。ここでは、鉄系メゾスコピック組織制御材料創製技術(以下、鉄系スーパー・メタルと記す)の研究開発の進捗状況について報告する。

鉄鋼材料は、構造材料として長く人

類の生活の豊かさと安全を支えてきたが、その原料並びに生産にかかるエネルギー資源の枯渇への対処、さらには持続可能な社会の構築の必要性を考えるとき、社会基盤を充実させ快適な社会生活を維持するうえに必要な汎用構造材料の高度化・高機能化をいま目指すことは、時宜を得たものであり極めて意義深いといえる。このような時代の強い要請を背景に、当財団は「鉄系スーパー・メタル」の研究開発に挑戦することを決意した。

この「メゾスコピック組織鋼の創製技術」の確立を目指す理論的根拠は、

プロジェクト開始に先立つ同じく通商産業省の2年間の「先導研究」により、鉄系金属の場合にその極限性能を十分に引き出し、リサイクル性を向上させるための最善の方法は、「単純成分系による組織の超微細化」であることが明らかにされたところにある。「鉄系スーパー・メタル」の場合、従来技術では達成されていない結晶粒径が10μm以下の領域において金属材料の特性を評価する際に、光学顕微鏡レベルの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、全く新しいアプローチの研究を進めることによって、強度、延性、韌性、耐久性、耐食性等の極限値が得られるとの可能性(図-2)が示唆されている<sup>1)</sup>。

鉄系スーパー・メタルプロジェクトにおける最終目標は、「均一な複相組織鋼化によって、結晶粒径が1μm程度以下で、大きさが1mm以上の厚さをもつ微細組織鋼の創製技術を確立する」ことであり、次の3つの研究要素により構成される。すなわち、①大歪加工及び強磁場利用の複相組織微細化技術の確立、②計算科学による微細化複相組織鋼の材質設計及び予測、③超微細化複相組織鋼の製造プロセスイメージの構築である。

平成9年度より新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)は、國の方針に基づき集中管理型研究実施体制をスタートさせた。従来の持ち帰り型

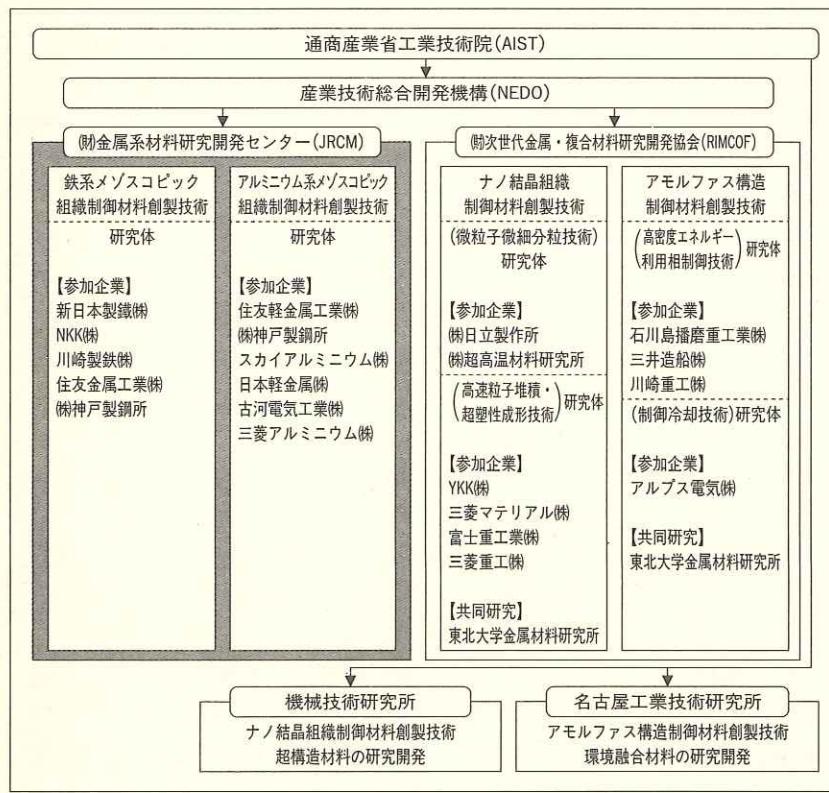


図-1 「スーパー・メタルの技術開発」プロジェクト

研究に比して研究開発責任者の権限を強化し、その指導に従う研究者集団からなる「研究体」を構築し、研究開発投資の効率化を図ることを目的としている。「スーパー・メタルの技術開発」プロジェクトは、新しい研究体制が適用された最初のプロジェクトである。

スーパー・メタル（鉄系）研究体は、新日本製鐵株式会社研究所鋼材第二研究部萩原行人部長に研究開発責任者を委嘱し、JRCMと新日本製鐵、NKK、川崎製鐵、住友金属工業及び神戸製鋼所の5社との間で研究開発の共同事業契約を締結した。研究体のなかに、大歪加工、強磁場利用、材質予測の3研究室を設置し（図-3）、研究開発を実施している。このような製品に直結する分野での鉄鋼の共同事業研究開発は極めて希であり、本テーマに関与する関係者各位の「汎用構造材料の高度化・高機能化」の実現に対する強い意欲の表れといえる。

また、この分野の大学研究者に研究再委託を行い、研究開発の迅速化を図るとともに、学識経験者及びユーザーを中心とする研究会並びに各社研究企画部門を中心とするスーパー・メタル（鉄系）技術委員会を組織しプロジェクトを推進している。

## 2. 研究開発の経緯と成果

これまで大歪加工、強磁場利用及び材質予測の3研究室体制で、①大歪加工利用技術及び強磁場利用技術における

実験装置の整備（改造及び導入）と実験手法の確立、②大歪加工利用技術及び強磁場利用技術での組織微細化の効果と力学特性の調査、③メゾスコピック構造解析手法の検討、④計算機シミュレーションを行うための超微細組織の材質支配因子とその組織形成に必要なプロセス要因の抽出と整理、⑤材料組織の重要構成相の1つであるセメントタイト単相膜の作成とその力学特性の測定、を内容として研究開発に取り組んできた。

### 1) 大歪加工研究

大歪加工研究においては、結晶粒超微細化を達成するために、大歪加工により変態／再結晶の核生成の駆動力を飛躍的に増大させ、さらに第二相等を最大限に利用することによって生成した核の成長を徹底的に抑制する考え方に基づき、1パス当たり50%以上（歪量0.7以上）の大歪加工と複相組織を活用した研究を行った。研究を推進するにあたっては、150トン加工熱処理シミュレータの改修工事を行い、大型

サーボ2機体制とし加工能力を増大させるとともに、高周波加熱装置を更新して加工と組み合わせたオンラインの加熱を可能とした（図-4）。

これにより、結晶粒超微細化の有力な手法と考えられる逆変態プロセスの研究も可能となる等、新規的かつ高精度な研究が可能となった。具体的な研究内容としては、①過冷却 $\gamma$ 領域（600～800°C）での大歪加工、②複相組織状態（ $\alpha + \gamma$ 、 $\alpha + Fe_3C$ 、 $\alpha + マルテンサイト$ ）での大歪加工、③逆変態と組み合わせたマルテンサイトの大歪加工、という有効性が期待される種々の結晶粒超微細化技術の検討を行った。その

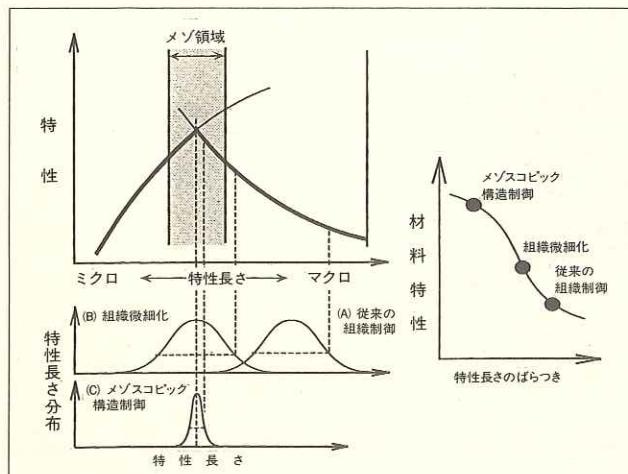
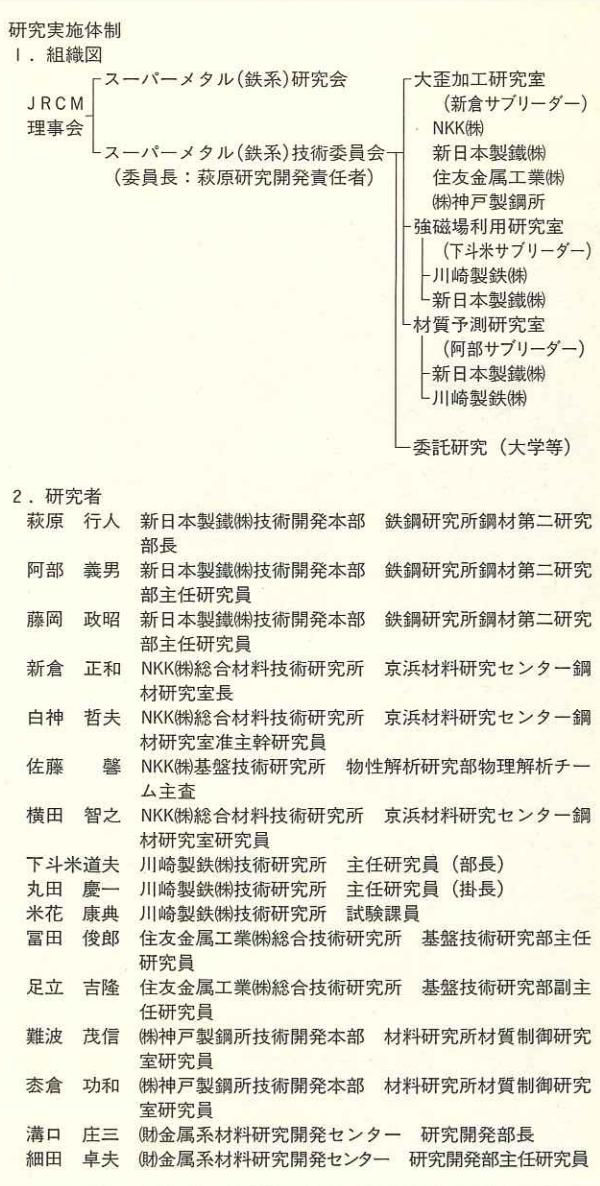
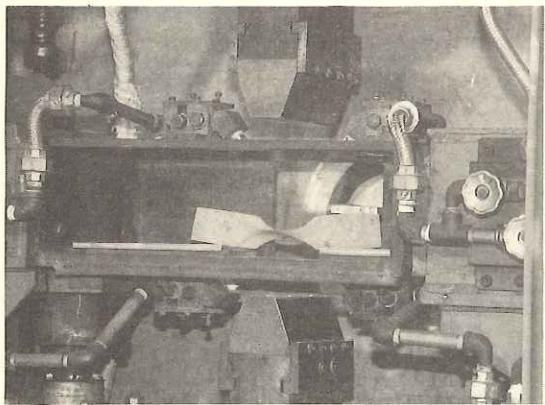


図-2 メゾスコピック構造制御による材料組織均一化の効果

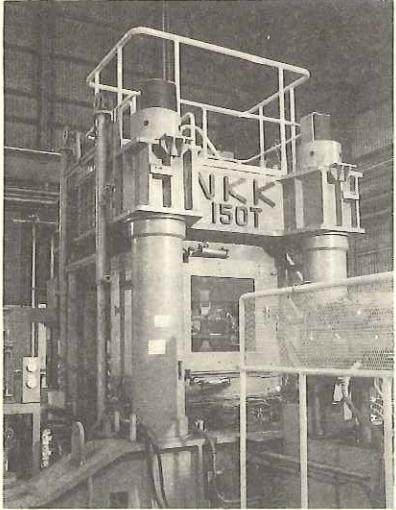
図-3 スーパー・メタル（鉄系）研究体

結果、結晶粒径として1μm前後が得られるレベルまで到達し、1μm以下の結晶粒径に展開するための種々のシーザーを見いだした。さらに、硬さ試験のみならず引張試験、遅れ破壊試験等の機械的特性の調査にも着手した。

具体的な成果としては、まず、①過冷却 $\gamma$ 領域での大歪加工において、過冷却 $\gamma$ (700°C以下)での大歪加工による加工中の動的変態の発生に伴う $\alpha$ 組織の微細化を確認し、1~2μmの微細組織を得た。また、より低温の過冷却 $\gamma$ (590°C)の大歪加工では、通常ペイナイトが生成する領域でも $\alpha$ が生成することが判明し、2~3μmの微細な変態 $\alpha$ 組織を得た。次に、②複相組織状態での大歪加工では、 $\alpha+\gamma$ 複相組織の大歪加工で $\alpha$ 再結晶と微細 $\alpha$ への変態とが同時に発現することにより、2μm程度の微細組織が得られ、5μmから2μmへの細粒化を図り、200MPa程度



1パス大圧下後の試験片（初期厚さ100mm）



加工熱処理シミュレータ（NKK）  
図-4 150トン加工熱処理シミュレータ

の細粒化強化を引張試験により確認した。

また、 $\alpha+Fe_3C$ 組織の温間加工(700°C)では、第二相による粒成長抑制下における $\alpha$ 再結晶により、1μm以下の微細 $\alpha$ 組織（図-5）が得られた<sup>2)</sup>。また、③逆変態と組み合わせた大歪加工では、マルテンサイトの大歪温間加工及びその後の急速加熱下の $\alpha-\gamma$ 逆変態により2μmという極めて微細な $\gamma$ 粒組織を得る等、多くの成果を得た。

## 2) 強磁場利用研究

強磁場利用研究においては、既存の8テスラ磁石を用いた予備的実験で強磁場利用による組織制御と微細化の方針付けを行うとともに、新規12テスラ大口径磁石の設計と製作（図-6）を行い、平成10年度本格実験計画の策定を行った。

具体的な成果としては、①磁場中変態実験により、磁場の存在が $\gamma-\alpha$ 変態を促進することを実験的に確認し、先導研究における計算機シミュレーション結果の妥当性を裏付け、②磁場勾配によって生じる磁化力がペーライト組織を硬化するというまったく新しい知見を得たほか、③炭素鋼について磁場中逆変態実験を試みて、磁場印加方向に強磁性相と常磁性相が配列（図-7）するまったく新しい

組織形態を見いだした<sup>2)</sup>。また、④強磁場と加工外力の同時印加実験の手法を確立した。

総じて、鉄鋼材料に強磁場を利用する実験手法は平成9年度実験ではほぼその見通しを得ることができ、組織微細化を最終目標とする平成10年度以降の本格実験への基盤を確立したといえる。

## 3) 材質予測研究

材質組織予測研究では、本年度は問題点の抽出と課題の絞り込みを中心に行い、再結晶による微細化のモデル化と微細複相混粒組織の材質予測手法の確立を本プロジェクトの課題とすることとした。

また多相組織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、全体の粒成長を抑制しつつ緩やかに成長するという粒成長メカニズムを明らかにし、微細複相化のメリットを理論的に実証した。

さらに、鉄鋼材料の重要な構成相の1つにもかかわらずこれまで機械的特性が正確に測定されていなかったセメントタイトの単相膜の作成に成功し、弾性的性質の測定を行い、高い精度の値を得た。同時に実験的にセメントタイトをフェライト組織中に超微細に分散させた試料を作成することができたので、この超微細複相組織鋼の材質設計予測技術の確立と特性最適化を進める体制が整った。

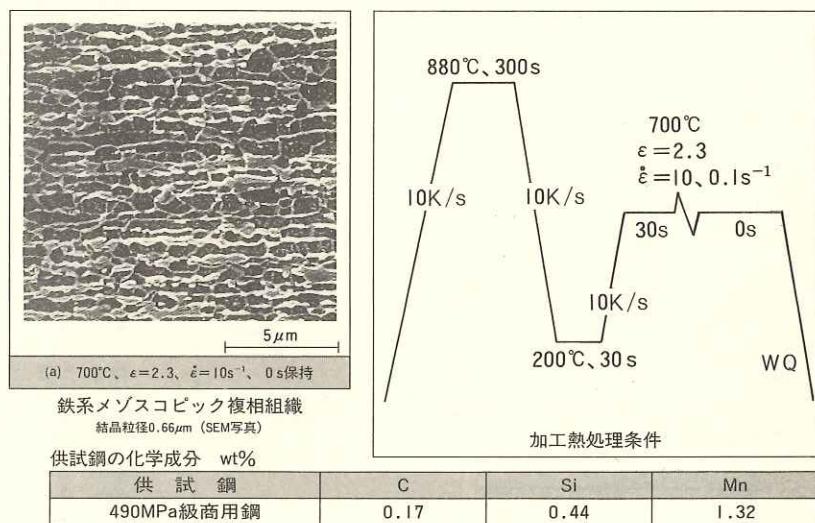


図-5 大歪加工による結晶粒の超微細化

#### 4) メソスコピック構造解析技術及び技術調査

メソスコピック構造解析においては、インレンズ型高分解能走査電子顕微鏡(インレンズSEM)を用いて観察する際に、試料の体積を減らすことによって強磁性体である鉄鋼材料の組織、析出物を、従来の透過型電子顕微鏡レベルの空間分解能で広い領域にわたって解析できることを明らかにした。

また、大歪加工熱処理により微細化した0.3C-9Ni鋼のメソスコピック構造解析を実施し、加速電圧を系統的に変化させて測定した反射電子像が新たな構造情報を与え得ることを示した。

本プロジェクトを開始するにあたり、鉄系スーパー・メタルの出現が社会生活に及ぼす影響の大きさについて、(社)日本鉄鋼協会に調査研究委託を行い、将来のインフラストラクチャ等の整備や消費財の高性能化における社会の要請に、鉄系スーパー・メタルが十分応え得るであろうとの結論が得られている。

#### 3.まとめ

鉄鋼材料は、構造材料としても最も汎用性の高い材料であるが、その特性の向上の余地は少ないと通常考えられてきた。しかし、結晶粒の超微細化を通して鉄鋼材料の特性が極限まで高め得ること、同時にリサイクル性が向上し地球環境にやさしい材料とすることができることが先導研究により明ら

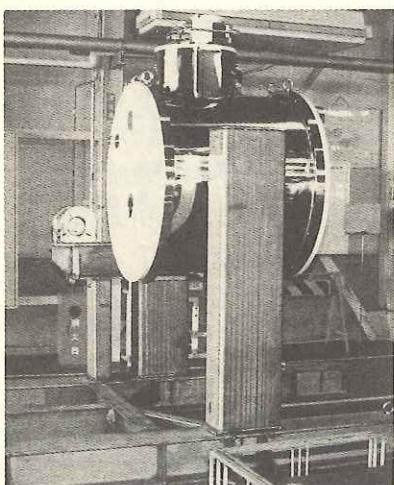


図-6 新規導入超電導磁石の外観

かにされたことを受けて、スーパー・メタル(鉄系)研究体は、5年計画で鉄系メソスコピック組織制御材料創製技術の研究開発に着手した。

これまでに大歪加工利用技術については、熱間加工シミュレータ装置の改造を行い、炭素鋼及び低合金鋼に関して、大歪加工を付与する実験方法を確立するとともに、その再結晶及び変態挙動とそれによる組織微細化に関する基礎実験を行い、1μm前後の結晶粒径が得られた。

また、強磁场利用技術については、既存の超電導磁石を用いた強磁场中の変態挙動実験に着手し、実験手法の確立と加工歪付与実験の手法探索を行うとともに、12テスラ(室温ボア径約150mm)の超電導磁石を設計・発注し、本格的な実験に備えた。

さらに、プロセスと組織との関係及び組織と材質との関係を明らかにするため、コンピュータシミュレーションに必要なデータの抽出、整理に着手した。さらに、材質予測に必須となるセメントタイト単相のヤング率の実測にも世界で初めて成功した。

インレンズ型高分解能電解放出型走査電子顕微鏡を用いたメソスコピック構造解析技術の事前検討を実施し、この技術が微細複相組織鋼の光学顕微鏡レベルから透過電子顕微鏡レベルの解析にきわめて有効であることを明らかにした。

これらの成果を踏まえて、今後の研究開発を一層推進することとする。

参考文献  
1) 平成6年度「鉄系金属の新機能発現化技術の調査研究報告書」(日機連、JRRCM)  
2) 日本鉄鋼協会講演論文集「材料とプロセス」1998、Vol.11 No.6

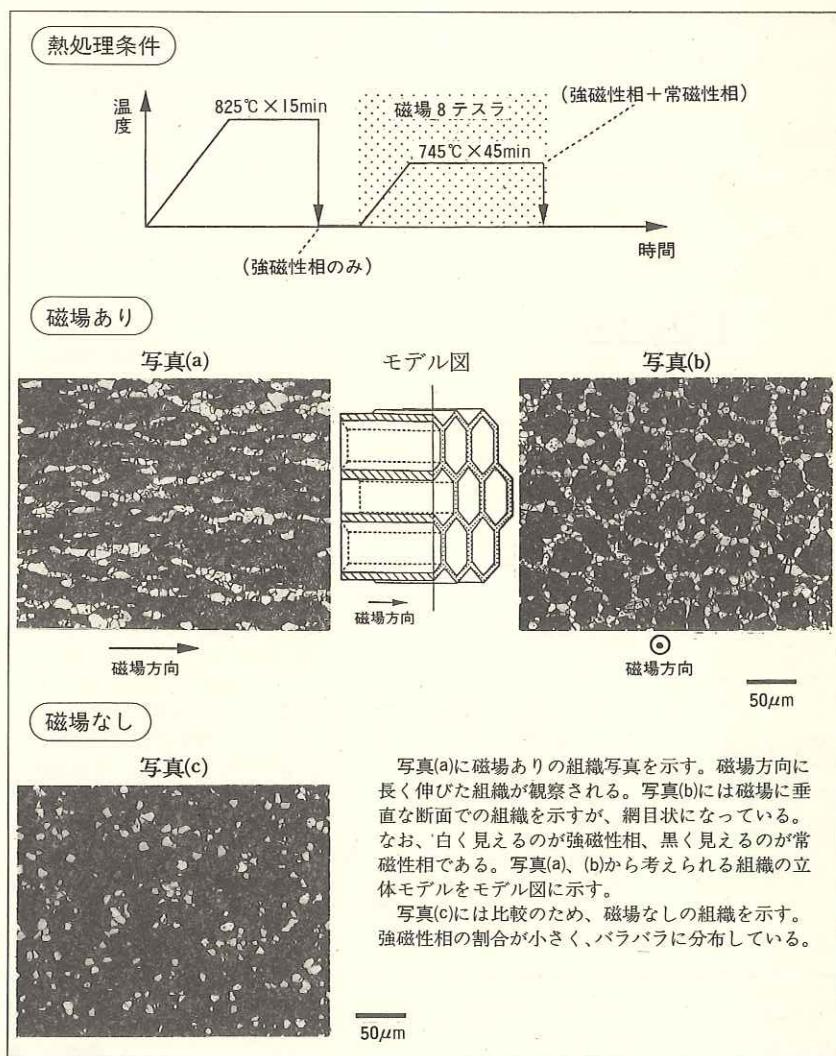


図-7 強磁場中で相変態した鉄鋼材料の顕微鏡組織

## ANNOUNCEMENT

### 新役員の紹介

9月22日の第41回臨時理事会で決定された新役員は以下のとおりです（敬称略）。

#### 理事

水野正志（大同特殊鋼㈱取締役技術開発研究所長）

山田桂三（大太平洋金属㈱常務取締役）

賀川鐵一（日鉄金属㈱専務取締役）

堀 安宏（三菱アルミニウム㈱専務取締役圧延事業本部長）

保坂繁樹（㈱第一勵業銀行常務取締役）

#### 審議員

古澤貞良（日本高周波鋼業㈱取締役技術開発本部長）

青木賢一（関東特殊製鋼㈱取締役）

石井俊郎（㈱さくら銀行常務取締役）

鞘師 守（日産自動車㈱総合研究所材料研究所主管研究員）

#### 評議員

波田野純一（日本伸銅協会専務理事）

### 活動報告

#### ■研究開発部

昨今の閉塞的経済環境のもと、これを打破する戦略的なR&Dテーマの調査・企画が盛んである。通商産業省では、鉄鋼・非鉄、化学・プロセス、生物、産機、電子、住窯等各分野別の技術競争力を分析し、来年2月を目処にマップにまとめてビジョンを提示する計画である。また、鉄鋼協会や化学

技術戦略機構もそれぞれの戦略を鋭意取りまとめ中である。

そこで、JRCMとしても、21世紀に向けた中長期の視点で新しいテーマを企画すべく、賛助会員や学識経験者宛にアンケート調査を実施しご協力をお願いしている。10月16日までにご回答いただいた内容を整理し、11月には一次的なまとめを行い、年末から始まる平成12年度政府予算の策定作業につなげたいと念願している。

なお、中長期的テーマの企画として、9月から10月にかけて、相次いで2つの調査活動も開始した。1つは9月29日に発足した「利用段階での省エネルギー型金属製品の調査」（委員長、武藏工大中島泰夫教授）である。もう1つは、10月7日に準備会を発足させる「鉄鋼技術の国際比較に関わる基礎調査」（委員長、東大足立芳寛教授）である。その他にも、テーマ企画部会の活動等を通じて、21世紀の地平を切り開く一端をJRCMも担いたいと思っている。ぜひ、関係各位のご参加、ご協力をお願いする次第である。（担当：溝口研究開発部長）

#### ■アルミニウムリサイクル技術推進部

##### 〈アルミニウムリサイクル技術会議〉

9月25日、本年度第1回の技術会議を開催。古河電気工業㈱取締役重村委員を新議長に選任。平成10年度研究計画を承認、併せて平成9年度研究成果、中間評価結果を報告。

##### 〈アルミニウムリサイクル技術部会〉

9月10日に開催し、技術会議の開催、ドロス・精製・環境各WG、海外技術調査計画について報告。また、平成10年度第1回中間成果報告会を検討し、11月10日に実施することを決定。（担当：大園主任研究員）

#### ■新製鋼技術研究推進室

##### 〈新製鋼プロセス・フォーラム〉

総合システム評価研究の電気炉型溶解炉

昔、大学には教養部があり勉強するしないは別にして幅広い教養を身につけるシステムになっていた。昨今は各大学から教養部がなくなり、専門課程が重視されるようになったとのこと。

教養の語源は「教導」と「養育」で中国では「教養がある」とは「立派な人格者」を指すらしい。知識が豊富な

人を博学という。

昨今の官僚や企業のトップの腐敗ぶりを見ると、その当時教養を身につけたはずの世のリーダーたちでさえ、この有り様である。ましてや教養課程が軽視されると、今後ますます心配になってくる。21世紀の優秀な経営者育成のキーワードは「教養」？（S）

広報委員会 委員長 川崎敏夫  
委員 佐藤 満／倉地和仁  
 江陵隆雄／小泉 明  
 植杉賢司／佐々木晃  
 佐野英夫  
事務局 佐藤 駿

### 編集後記

## The Japan Research and Development Center for Metals JRCM NEWS / 第145号

内容に関するご意見、ご質問は事務局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 1998年11月1日  
編集人 財団法人 金属系材料研究開発センター広報委員会  
発行人 鎌本 潔  
発行所 財団法人 金属系材料研究開発センター  
〒105-0001 東京都港区虎ノ門一丁目26番5号 虎ノ門17森ビル6階  
TEL (03) 3592-1282(代) / FAX (03) 3592-1285  
E-mail KYT05555@niftyserve.or.jp