

# NIMS NOW

NATIONAL INSTITUTE FOR MATERIALS SCIENCE

2023  
No. 5

構造材料研究センター

“**極限**”を攻める



# “極限”を攻める

地震をはじめとした度重なる災害に加え、  
世界がカーボンニュートラル実現に向けて、その道筋を模索する中、  
社会の屋台骨である「構造材料」は、よりシビアな環境への適応力が問われている。

輸送機器や火力プラントの燃費向上には、これまで以上の軽量性や耐熱性が、  
次世代エネルギーインフラの構築には、低温や水素による脆性破壊の克服が求められ、  
さらには、そうした性能を長期にわたり維持するだけの耐久性が、持続可能な社会実現のカギを握る。

極限環境に打ち克つ構造材料を実現し、人々の命や生活を守り抜くために。  
「構造材料研究センター」は、“産業界の基礎研究所”としての自負を胸に、  
創製技術や評価・解析技術を洗練化し、社会の要請に向き合っていく。

Data：構造材料研究センター（RCSM）

センター長：大村 孝仁  
Takahito Ohmura



定年制研究職員 59名

## 材料創製分野

- 高分子系複合材料グループ
- セラミックス基複合材料グループ
- 耐疲労合金設計グループ
- 軽金属材料グループ
- 超耐熱材料グループ
- スマートインターフェイスグループ
- 積層材料グループ
- 異方性材料グループ
- 耐食材料グループ
- 加工熱処理プロセスグループ

## 材料評価分野

- クリープ特性グループ
- 疲労特性グループ
- 極低温疲労グループ
- 鉄鋼材料グループ
- 腐食研究グループ
- 溶接・接合技術グループ
- 強度物性グループ
- 微細組織解析グループ
- 計算構造材料グループ

## Cover Story

### 「マグネシウム箔」

元来、脆くて壊れやすいマグネシウム（Mg）。軽量金属材料グループの染川英俊グループリーダーは、Mgの結晶組織を徹底追求し、隣り合う結晶粒同士が室温でもすべる「粒界すべり」という現象に着目。加工性を飛躍的に高め、箔の作製に成功した。丸くくり抜かれた穴は、万代俊彦主任研究員（エネルギー・環境材料研究センター）によるMg電池セルの試作の跡。Mg箔を電極材料として組み込むことで、従来のMg電池より約20%容量アップという成果を挙げた。

〈関連記事〉「Chemistry Views」<https://www.chemistryviews.org/ultrathin-magnesium-metal-anodes/>



極低温環境において水素が材料に及ぼす影響を調べるために取り組んでいる「低ひずみ速度引張試験」を経て破断した試験片（P.15に解説）。

# Key Projects

構造材料研究センターが推進する2つのプロジェクトをご紹介します。

## #1 脱炭素社会実現に資する極限環境構造材料の創製

脱炭素社会の到来は、高温や極低温、材料を脆くしやすい水素雰囲気といった極限的な環境のもとで長期使用が可能な先進的構造材料の実現にかかっている。NIMSは材料の配合から、微細組織における相の分布、転位や偏析といった欠陥の配置や界面構造の制御まで、緻密な材料設計を行うと同時に、それを実現する製造プロセスの開発により、材料特性の最大化に挑む。



Project leader  
渡邊 誠  
Makoto Watanabe

### 極限環境に打ち克つ 先進的構造材料の設計

巧みな材料設計により極限環境を克服するという戦略において、NIMSが2008年に開発し、航空機のジェットエンジン部材に採用された「ニッケル基超耐熱合金 (Ni基超合金)」は、代表的な成功例と言っていいだろう。本プロジェクトではそれを発展させ、希少元素の利用量を抑制しつつも従来と同等の耐熱性 (≒1100°C) を示す次世代Ni基超合金を開発する。また、大型ビルへの採用実績を持つ耐震材料「制振ダンパー」の長寿命化に向けて金属疲労の現象解明に取り組むほか、マグネシウムやアルミニウムといった「軽量金属材料」の加工性向上などに挑み、軽量化の要請に応じていく。さらに、外部から加わる刺激によって分解可能な「高分子系複合材料」の開発や、「セラミックス複合材料 (CMC)」の耐熱性向上など、金属にはない利点を備える非金属の開発にも力を注ぎ、脱炭素社会の実現に弾みをつける。

ピックアップ / RESEARCH1 ... P.6参照

ピックアップ / RESEARCH3 ... P.10参照



Ni基超耐熱合金製の航空機エンジンのタービン翼。(photo: Naohiro Tsukada)



「レーザー粉末床溶融結合法」で積層した造形材。

### 特性を最大限に引き出す 製造プロセスの開発

溶かした金属の冷却速度や、加工法の選択、熱処理の温度やタイミング……。それら製造プロセスに応じて金属の微細組織は様変わりし、材料特性が決定づけられる。つまり、求める材料特性を得るためには製造プロセスの適切な制御が不可欠だ。本プロジェクトでは特に、異種材料を組み合わせることで単一材料より優れた特性を引き出す「マルチマテリアル化」のプロセスにフォーカスする。異種材料との接合に適した界面構造を導く塑性加工や熱処理手法のほか、材料同士を“つなげる”技術として、貼って剥がせる接着技術や、異なる金属の界面で生じやすい腐食を抑制するコーティング技術などの開発を推進中だ。さらに、近年注目を浴びる金属積層造形技術の特長を生かした材料設計にも取り組む。それら研究開発には、データ科学や数値解析を積極的に活用し、プロセス・結晶組織・材料特性を連続的に予測する技術の確立にも挑む。

ピックアップ / RESEARCH2 ... P.8参照

## #2 レジリエントな社会構築のための構造材料の信頼性向上

どんな材料も、長期使用による劣化は免れない。それでも、劣化や特性発現のメカニズムが分かれば、長寿命化の手立てはある。現状の構造物をもっと長寿命に、そして水素エネルギー利用などの新技術を社会に安全に導入するために、NIMSは連続と続けている材料評価試験をアップデートするとともに、計算科学や微細構造解析によりメカニズム解明を推し進める。



Project leader  
片山 英樹  
Hideki Katayama

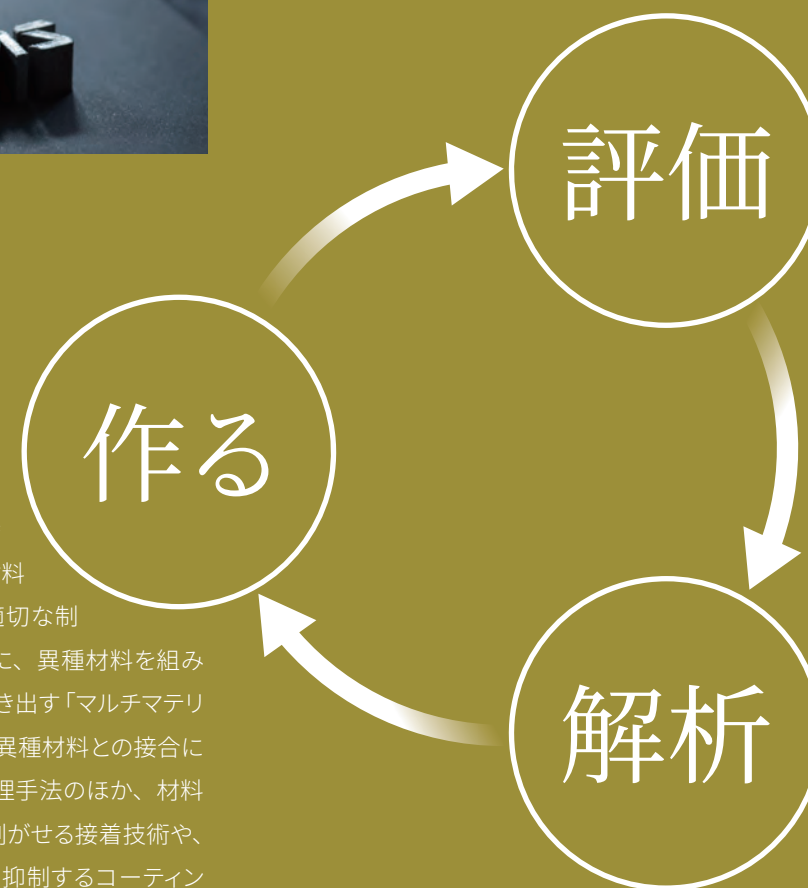
### 材料の特性を見極め、信頼性を担保する 進化する材料評価試験

金属材料の劣化を招く要因として代表的な「クリープ」「疲労」「腐食」。NIMSではそのメカニズム解明と共に、系統的に各種材料のデータを取得する材料評価試験を長年継続してきた。そして今、産業界のニーズを踏まえて新たな評価手法の開発を進めている。たとえば、金属積層造形材を対象としたクリープ試験や疲労試験のほか、クリープ試験では、火力プラント内で生じる温度・応力の変動が材料に及ぼす影響の評価手法を開発する。腐食に関しては、AIを活用し、気候データをもとに腐食リスクを判定する予測技術の高精度化を進める。また、金属の溶接部で割れが生じて構造物が脆弱化する「溶接部劣化」の現象解明や、水素エネルギー活用に向けた課題、たとえば金属中に水素が侵入し脆くなる「水素脆化」、液体水素の保持に要する極低温下で金属疲労が顕著に進む「極低温疲労」の克服に向け、材料評価手法の確立にも取り組む。

ピックアップ / RESEARCH4 ... P.11参照



鉄を腐食させるさび。



### 劣化や特性発現はなぜ起こる？ 現象解明や劣化予測を支える高度基盤

金属材料の劣化や特性発現のメカニズムを理解するためには、幅広いスケールで生じる現象と、材料特性との相関関係をひもといていく必要がある。その点、最先端解析装置による観察やコンピュータシミュレーションは、構造材料研究センターで推進するすべての研究課題にとって不可欠な共通基盤だ。本プロジェクトでは、各種電子顕微鏡をベースに3次元解析をはじめとした高度解析技術の構築を進めるほか、ナノからマクロまで幅広いスケールの組織を連続的に予測するシミュレーション手法の開発など、予測技術の高度化を推進する。また、鉄鋼材料の強化機構の解明に向けて、透過型電子顕微鏡 (TEM) による結晶の変形過程のその場観察などを実施し、転位や結晶粒界などの格子欠陥が力学特性に及ぼす影響に迫る。

ピックアップ / RESEARCH5 ... P.12参照

ピックアップ / RESEARCH6 ... P.13参照



CFRPの作製に用いるオートクレーブ。型の上に、炭素繊維に樹脂を含ませたシート状のもの（プリプレグ）を積層し、フィルム材をかぶせて密封する。これを高圧下で加熱し、樹脂を硬化させる仕組み。空孔などの欠陥が入りづらく、航空機部品などの信頼性が求められる材料の作製に向く。

## RESEARCH 1

## 軽量化の切り札「CFRP」 リサイクルへの挑戦



内藤 公喜

Kimiyoshi Naito

高分子系複合材料グループ  
グループリーダー

軽量で強度が高く、耐熱性にも優れる「繊維強化プラスチック（FRP）」は、航空機の軽量化の要請が高まる中で存在感を増している。樹脂と炭素繊維から成るCFRPをはじめとした高分子系複合材料の専門家、リサイクル性の付与という挑戦的な課題に取り組む内藤公喜にその戦略を聞いた。

### 広がる“墓場”…

#### 繊維強化プラスチックの弱点

樹脂などの高分子材料と他の材料を組み合わせることで、金属を超える強度や軽量化を実現する、高分子系複合材料。代表的なのが「繊維強化プラスチック（FRP）」だ。本来、弾性率が低く壊れやすいプラスチックの中に繊維を分散させることで、強度を飛躍的に高めている。ガラス繊維を複合化したものをGFRP、炭素繊維を複合化したものをCFRPと呼ぶ。

GFRPは安価ながら、金属と同等の強度がある。CFRPは、軽量金属として知られるアルミニウムよりも軽い上、鉄の10倍もの強度を持つ。いずれも金属の大敵、さびが生じることもない。

という一見、利点ばかりに思えるが、「大きな課題が残されている」と内藤は言う。「風力発電のブレードにはGFRPが使われていますが、割れて使えなくなったものは

リサイクルされず積み上げられ、ブレードの“墓場”が拡大しています。『自然環境にやさしい風力発電』のはずが、皮肉にも環境負荷をもたらしているのです。技術的には、プラスチックを高温で燃やせば溶けるので、ガラス繊維を取り出して再利用することは可能ですが、ガラス繊維は安価なので、リサイクルしても元が取れない。だから、そのまま捨ておかれているのです。CFRPの場合は、コストのほかにも高温で熱すると炭素繊維が破壊されてしまうという課題があり、廃材のほとんどが埋め立て処理されています。しかし、社会全体が環境負荷の低減へと動いている今、FRPに関しても、繊維や樹脂のリサイクルに向けた研究が盛んに行われている状況です」

内藤もまた、2023年4月にスタートしたNIMSの第5期中長期計画を節目に、環境にやさしくリサイクル性に優れたCFRPの開発に向けて動き出している。

### 経験に裏打ちされた新戦略

内藤は、低エネルギーで樹脂と炭素繊維との分離を目指している。その構想をこう語る。

「CFRPのプラスチック原料としては、天然由来の樹脂で、熱や電磁波といった何らかの刺激を受けて初めて分解するものや、微生物の働きにより分子レベルにまで分解するものを検討しています。また、炭素繊維に関しても天然由来のものを使うことで、環境への適合を目指します。特に、一定の熱を加えると分子の架橋が変化して軟らかくなる『ヒドリマー』という樹脂に注目していて、実際にヒドリマーの権威である伊藤耕三先生（東京大学 教授、NIMSフェロー）との研究がスタートしたところです。我々『高分子系複合材料グループ』は主に、繊維と樹脂との複合化および評価を担当します。当グループの強みは、複合材料開発の一連の工程、つまり材料設計から製造プロセスの

開発、異種材料の接合、評価・解析に至るまでを網羅している点にあります。材料をスケールアップしていくには、すべての工程の知見が必要なのです」

内藤は2006年にNIMSに入所してから、一貫して材料の複合化をテーマに、研究に取り組んできた。

第2期中長期計画（2006年4月～2011年3月）では、樹脂の中にナノ粒子を混ぜ込むことで、引張強度が高く衝撃に強いCFRPを実現した。

第3期中長期計画（2011年4月～2016年3月）では、金属の中でも軽量のアルミニウム合金やチタン合金と、FRPとの複合化に取り組んだ。それらをつなげるための接着材料の開発と、各材料の形状の最適化により、金属の強度とFRPの軽さを活かした材料の開発に成功している。

さらに、第4期中長期計画（2016年4月～2023年3月）では、「マルチマテリアル化」をテーマに、接着材料の開発を推進した。

FRPの作製にあたっては、信頼性の高い材料の作製が可能なオートクレーブ（P.6写真）のほか、より製造コストを抑えられるオープンプレス機などを目的に応じて使い分けている。

力学的な評価としては、衝撃試験や疲労試験、クリープ試験、低温や高温などの環境試験を実施。ナノスケールの界面の評価に用いる、荷重負荷装置を組み込んだ走査型電子顕微鏡（SEM）や原子間力顕微鏡

（AFM）など、樹脂そのものや複合化した材料を評価する上で必要な装置のほとんどを自前で取り揃えている。さらには実験データをもとに、数値解析法の1つである有限要素法（FEM）を用いたFRPの強度予測なども行っている。

### 材料特性を大きく左右する 幅広いスケールの「界面」

あらゆる側面からFRPをはじめとした高分子系複合材料に迫ってきた内藤は、材料特性を高める上で重要なのは「界面」だと強調する。

「金属材料とFRPを接着した材料（図・左端）には、当然それぞれの界面がありますし、FRPの内部にも繊維束と樹脂との界面があります。さらに繊維束は単繊維が攪り集まったものなので、単繊維と樹脂との界面もある。それら界面の設計と制御が複合材料では重要です。たとえば、第3期で取り組んだ材料の場合（図・右端）、ナノ粒子と樹脂がくっつきすぎても剥がれやすくても良い特性は得られません。くっつきすぎると繊維が折れてしまし、剥がれやすすぎると元の樹脂より強度が低下してしまうことすらあるのです。これまでに材料の作製と評価・解析を繰り返してきたことで、ようやくFRPの設計指針と評価・解析技術が確立しつつあります。それを活かして、先に述べた環境にやさしくリサイクル性に優れたCFRPの研究

開発を軌道に乗せることが今の目標です」（内藤）

### 軽量性を活かして水素社会にも貢献

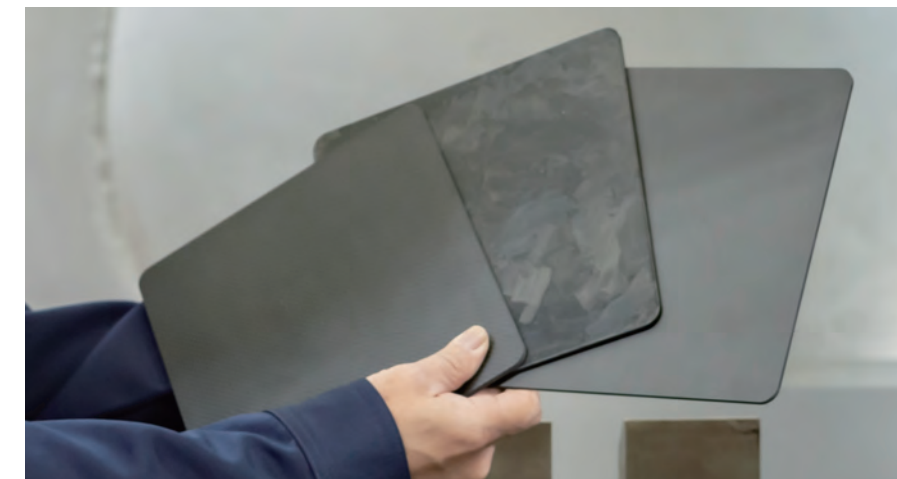
環境負荷の低減という観点では、水素エネルギーに対する社会の関心は高い。液体水素は、航空機のクリーンエネルギーとして期待されている。

航空機においては、燃料タンクの軽量化が重要課題で、FRPも構造材料の有力候補として研究開発が盛んに行われている。液体水素を燃料に用いる場合、FRPは金属と違って水素による脆化が起こりにくい材料であることに加え、金属と比べて断熱性に優れることも利点だ。水素の液化温度は約-253℃と極低温のため、燃料タンクには高い断熱性が求められるからだ。

とはいえ、極低温下でのFRPの材料特性は未解明な部分が多く、内藤は今後、その評価にも力を注いでいくという。

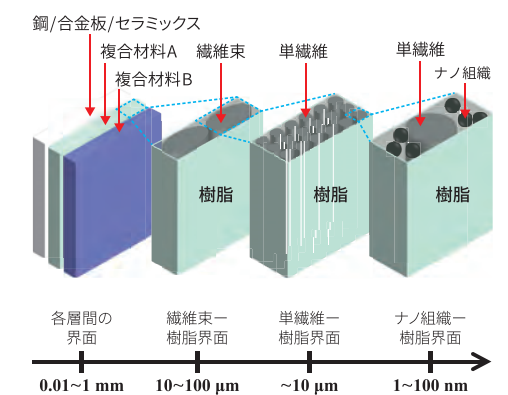
「NIMSでは水素液化技術の研究開発が進んでいますし、構造材料研究センターでは、極低温下での材料試験も実施しています。NIMS内でのコラボレーションを強化して、水素社会におけるFRPの設計や製造プロセスの指針を示していきたいと考えています」（内藤）

内藤は、時代の要請に向き合い続けている。



オートクレーブで作製したCFRP。炭素繊維に樹脂を含ませたシート状のもの（プリプレグ）を積層する際、炭素繊維を任意の方向に重ね合わせることで、CFRPの力学強度や熱伝導性などが制御できる。写真左は、連続繊維を十字に編み込んだクロス材を用いたもの。十字方向に強く、45度方向にはよく伸びる。中央は、短い繊維をランダムに配置したもの。どの方向にも同じような性質を示す。右は、連続繊維を一方に配置したもの。繊維方向には強いが、繊維と直交する方向には弱い。

図 高分子系複合材料における界面の例



## RESEARCH 2

## 金属3Dプリンタで 信頼性の高い造形材を



草野 正大  
Masahiro Kusano  
積層材料グループ  
主任研究員

金属の積層造形が、新たな材料作製法として期待されている。その利用に際しては、造形プロセスが従来手法と異なることで発生する造形材の結晶組織や特性の違いを理解した上で、用途に応じて造形条件を最適化する必要がある。草野正大はシミュレーションや機械学習を駆使し、造形プロセスの確立に取り組んでいる。

### 金属の積層造形ならではの課題

3Dプリンタによる金属の積層造形には、一体成型による部品削減や自由な形状設計などのメリットがある。現状、自動車のエンジン部品や航空機の部品などは、鍛造や鋳造で作製した大型金属から部品を切削したり、複数のパーツを溶接によってつなぎ合わせたりしている。この工程を積層造形に置き換えることができれば、航空機エンジンの主材料であるニッケル(Ni)合金やチタン

(Ti)合金のような難削材を使う場合でも、切削加工や組み立てが不要となり、歩留まり向上やコスト削減を期待できる。

金属の積層造形の一方式である「レーザー粉末床溶融結合法(L-PBF)」ではCADデータをもとに、TiやNiなどの金属粉末をレーザーの熱で溶かし、立体形状をつくり出す。具体的には、粒径数十マイクロメートル( $\mu\text{m}$ )の金属粉末をステージ上にごく薄く敷いてレーザーを照射し、溶融・急冷凝固させるサイクルを、

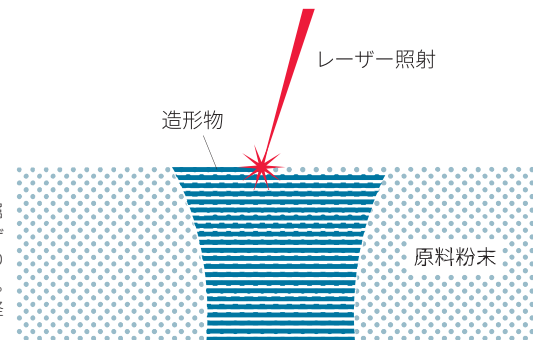
一層ごとに繰り返して積層していく(図1)。そこで課題となるのが、造形材の結晶組織であり、その組織によってもたらされる材料特性だ。

「L-PBFと従来の鋳造・鍛造では造形プロセスがまったく異なるため、造形物の結晶組織も違ってきます。結晶組織は、強度や耐食性などの材料特性に直結します。ところが現状のL-PBFでは組織の制御法が確立されていないため、航空機部品のように品質の要求が極めてシビアな材料の造形

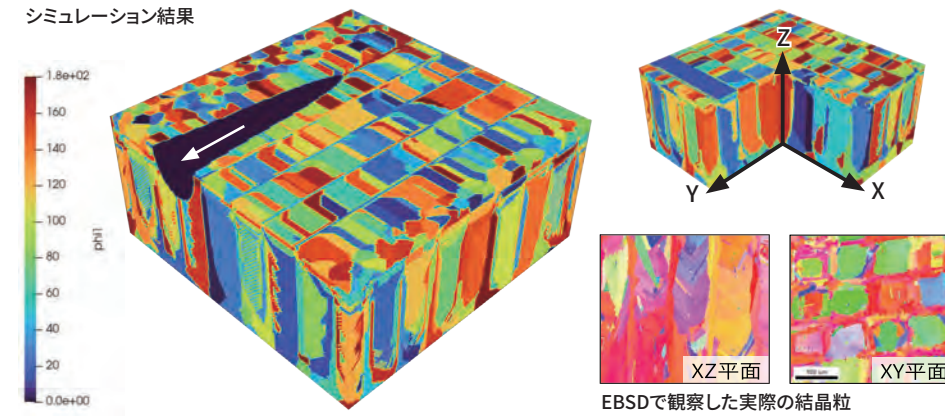


図1 「レーザー粉末床溶融結合法(L-PBF)」による造形プロセス

L-PBFによる金属の積層造形では、粒径数十 $\mu\text{m}$ の金属粉末をステージ上にごく薄く敷き、レーザーを照射。レーザーの熱によって溶解した金属が凝固するプロセスの繰り返しにより、CADでの設計どおりに金属を形作っていく。粉末は1層積層するごとに自動供給される。ビーム径が約100 $\mu\text{m}$ 以下と小さいため、高精度な造形が可能。



### シミュレーション結果



にはまだ活用できていません。課題解決のためには造形プロセスのパラメータ、具体的にはレーザー出力とその走査速度、走査パスの間隔などによってもたらされる造形材の熱履歴(材料温度の時間変化)が、結晶組織の形成にどのように関わっているのかを解明する必要があります(草野)

そこで草野が着手したのが、プロセス・結晶組織・材料特性の相関関係の解明だ。

### シミュレーションと 実験の併用による解析

「相関関係の解明法には、実験ベースで進める方法とシミュレーションを併用する方法があります。ただし、実験ベースで一連のプロセスを繰り返してデータを集め、その結果を元に造形プロセスを解明していくには多大な時間と労力が必要です。そこでコンピュータシミュレーションを積極的に活用して、効率化を図っています(草野)

たとえば、積層造形中の結晶粒の成長過程について、草野は原料粉末の動きや溶融池\*の流動、造形材における熱の移動など、さまざまな現象の数値解析を進め、それらを利用して結晶組織の成長シミュレーションプログラムを構築した。レーザーの走査パターンに基づいて結晶組織が立ち上がっていく様子を、3Dアニメーションで確認できる(図2)。現時点では、実際につくった材料を、シミュレーションで追試するまでに留まるが、将来は、得たい結晶組織に応じてレーザーの走査パターンを割り出せるまでに発展させる予定だ。

「実験ベースのアプローチとしては、造形条件を変えて作製したTi合金の試料からデー

タを集め、引張特性の予測モデルを構築しています。具体的には、顕微鏡観察画像から結晶組織の特徴量(粒径やアスペクト比など)を抽出するとともに、同じ試料に対して引張試験を実施。それらの結果を集約したデータセットに対して、機械学習の一種である多変量線形回帰を行っているのです。この予測モデルを用いることで、どのような造形条件や結晶組織が材料の引張特性に寄与するかが解明されてきています(草野)

Ti合金の結晶組織と引張特性との相関関係は複雑で、歴史ある鍛造・鋳造の場合でも、その予測は難しい。これを精度よく予測できるようになれば、L-PBFの信頼性は格段に増すだろう。ただ、もう一点、信頼性に大きく影響するのが内部の欠陥である。内部に欠陥があると、たとえ思い通りの形状に加工できたとしても、破断するおそれがある。

「欠陥については『空隙』と『割れ』があり、それぞれ発生メカニズムが異なります。空隙は、レーザーのエネルギー密度により制御可能であることが明らかになっていますが、割れの制御についてはまだ統一見解がありません。レーザーの出力強度・走査速度・パスの間隔・造形材の保持温度が、Ni合金部材に発生する割れの密度や長さなどに関与しているところまでは分かっています。またレーザー照射直後の凝固時、積層造形の進む過程で温度の上昇と下降を繰り返しながら徐々に冷却する時や、造形後の熱処理時などに割れが生じる可能性があります。現在はレーザー照射条件と割れとの関係を調べるために、熱履歴や結晶組織の数値解析を進めているところです(草野)

### 図2 結晶粒の成長シミュレーションと 実際の試料を観察した像との比較

レーザーの走査によって結晶組織が形成されていく様子が3Dアニメーションで確認できる。左図はNi合金の例で、矢印の方向にレーザーの照射が進むのに伴って成長した結晶粒の結晶方位がマッピングされている。右下図の、実際に電子線後方散乱回折(EBSD)装置で観察した結果と比較したところ、XYZ軸のうち、XZ平面では積層方向(Z軸方向)に向かって結晶粒が柱状に成長する様子が、XY平面では、レーザーの走査パターンを反映した規則的な結晶組織の出現が正確に再現されている。

### レーザーの自動制御で 革新的なプロセス開発へ

現段階では、結晶組織のシミュレーションや特性予測モデルが個々に存在している状態だが、草野は「もちろんこれで終わりではなく、最終的にはこれらをつなぎ、欲しい特性を得るための結晶組織はどのようなもので、それを作るために適した造形条件は何かをシミュレーション上で探索したい」と意欲を語る。実現すれば、部品削減や自由な形状設計といった積層造形のメリットを有効活用できるだけでなく、L-PBFの特性を活かした新たな材料開発への道も広がってくる。

「その上で、造形プロセスにおいては『フィードバック制御』をかけられるようにしたいと思っています。たとえば、積層中の造形物の表面温度データをモニタリングし、シミュレーションによって導き出した目標温度との差分をリアルタイムに計算しながら、レーザーの強度や走査速度などに制御をかけていく。実際に、どの造形条件にフィードバックすれば材料温度を目標値に制御しながら造形ができるか、シミュレーションにより明らかになっています(草野)

現状ではL-PBFの装置自体が、こうしたフィードバック制御を想定した設計とはなっていないが、顕著な研究成果が上がれば装置が改良される可能性はある。L-PBFの精緻なコントロールと信頼性の高い材料の創出を目指し、草野は多角的な挑戦を続けていく。

\*溶融池…原料粉末にレーザーを照射したとき、熱によって溶解して液体になった領域

耐熱性と軽量性に優れ、航空機エンジンへの一部採用を果たした「セラミックス基複合材料(CMC)」。  
耐熱性向上と適用範囲の拡大を目指し、CMC関連材料の性能評価に邁進する垣澤英樹に話を聞いた。

### セラミックス基複合材料の躍進

セラミックス基複合材料(CMC)とは、硬くてもろいセラミックスの中にセラミック繊維を混ぜ込み、割れにくくしたものだ。たとえ亀裂が生じて、繊維を含んだ複雑な組織が亀裂の進行を妨げ、予期せぬ即時破断を防ぐ。金属と比べて耐熱性と軽量性に優れることから、特に航空機材料への応用に期待がかかる。垣澤はこう語る。

「2016年に、民間用ジェットエンジンの高圧タービンの一部に非酸化物CMCが採用され、さらに燃焼器内壁などへの適用も期待されています。排気ノズルにも酸化物CMCが使われ始めました。非酸化物CMCの現在の耐熱温度は1200～1300℃ですが、今後さらに高めていく必要があります。そのために我々が注力しているのが、CMCとそのコーティング材料の評価技術の開発です」

### 高温下でのリアルタイム観察に成功

燃焼温度が高温になるほど、タービンを

回転させるための燃焼ガスにより、CMCの腐食が顕著になる。そのため、CMCの表面には「耐環境コーティング(EBC)」が施されている。

「高圧タービンの内部は、離着陸のたびに加熱と冷却を何度も繰り返します。急激な温度変化が繰り返されるとCMCとEBCの熱膨張率が異なるためにひずみが発生し、EBCに割れや剥離が生じることで、CMCの腐食を招きます。しかし、EBCにそのような損傷がいつ(昇温中か冷却中か)、何℃で生じるのかを知るすべはありませんでした。高温になると材料自体が強い放射光を放つため、観察が困難なのです。そこで我々は、高温下でも観察可能な光学顕微鏡を独自に開発しました(図1)」(垣澤)

それにより、垣澤らは世界で初めて、室温～1400℃の連続光学顕微鏡観察に成功した(図2)。さらに「デジタル画像相関法(DIC)」による解析で、ひずみを定量化。EBC中の亀裂発生瞬間を捉えることにも成功し、次世代EBC開発の足がかりとなる重要な知見が得られた。

「人命を預かる材料がセラミックス系に置き換わるのはめったにない“事件”です。ジェットエンジンの開発は欧米が主導権を握っていますが、セラミック繊維は日本発の材料です。材料の置き換えは、日本のこれまでのポジションを変えるチャンスと捉え、研究開発に邁進しています」(垣澤)

実際、垣澤らは、国内重工メーカーとの共同研究を数多く推進中だ。垣澤の目は、まっすぐ実用化を見据えている。

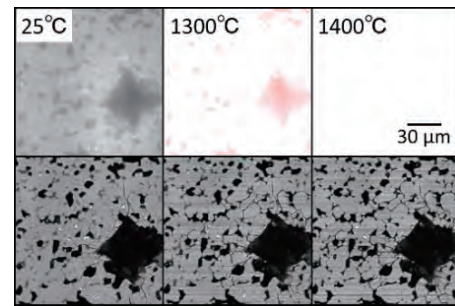


図2 高温光学顕微鏡によるその場観察の例  
セラミックス表面の観察例。一般的な光学顕微鏡では、高温下では放射光により像が白飛びしてしまう(上段)のに対し、垣澤らが開発した高温光学顕微鏡では、1400℃まで加熱しても明るさやコントラストの変化のない画像が得られる(下段)。

### RESEARCH 3

## 「セラミックス基複合材料」で空の材料革命を起こす

**垣澤 英樹**  
Hideki Kakisawa  
セラミックス基複合材料グループ  
グループリーダー

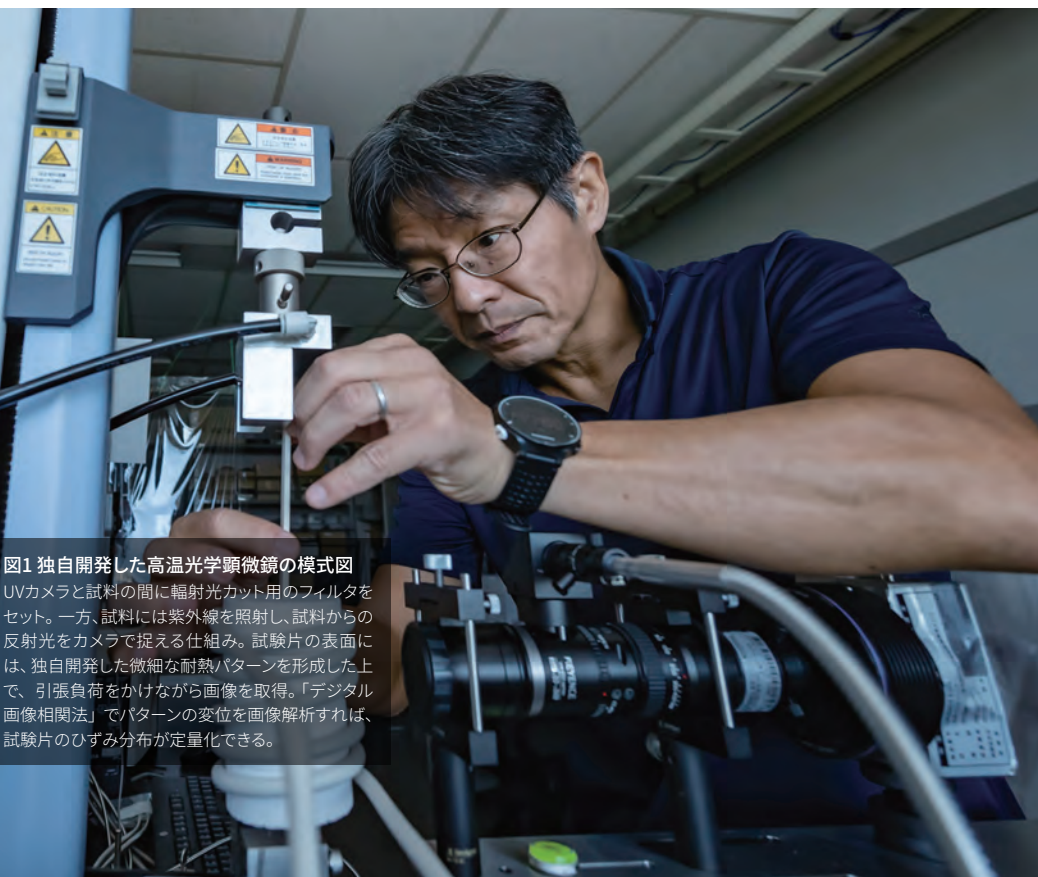


図1 独自開発した高温光学顕微鏡の模式図  
UVカメラと試料の間に放射光カット用のフィルタをセット。一方、試料には紫外線を照射し、試料からの反射光をカメラで捉える仕組み。試験片の表面には、独自開発した微細な耐熱パターンを形成した上で、引張負荷をかけながら画像を取得。「デジタル画像相関法」でパターンの変位を画像解析すれば、試験片のひずみ分布が定量化できる。

### RESEARCH 4

## 溶接が抱える大問題、「凝固割れ」の瞬間を捉える!

**柳樂 知也**  
Tomoya Nagira  
溶接・接合技術グループ  
グループリーダー

構造物をつくる上で不可欠な溶接技術だが、溶接中に発生する「凝固割れ」は構造物の寿命低下の一因になっている。柳樂知也は、SPring-8の放射光X線を利用し、凝固割れの発生メカニズムに迫っている。

### 溶接光で隠れた現象が「見えた」

金属材料の接合部分に融点以上の熱を与えたときに生じる放電現象を利用して、材料をつなぎ合わせる「アーク溶接」。溶接中に発生する欠陥「凝固割れ」は、その抑制に向け50年以上にわたり研究が進められてきたものの、詳しい発生メカニズムは未だに解明されていない。最大の理由は、極めて明るい光源の中で起こる現象である上、溶解した金属の凝固速度が非常に速いため、凝固割れが形成される様子を観察できなかったからだ。

そこで柳樂は、世界最高レベルの高い空間分解能と時間分解能を併せ持つ、大型放射光施設「SPring-8」の放射光X線を利用して、溶接部の「その場観察」を行いたいと考えた。

その場観察とは、試料が何らかの反応を示している最中に生じる現象をリアルタイムかつ詳細に観察する手法だ。柳樂は、金属試料をアーク溶接しながら高解像度に観察できるオリジナルの装置を開発し、

SPring-8のビームラインに設置。2019年、NIMSで開発された鉄・マンガ・シリコン合金の溶接部のその場観察を実施した結果、金属結晶の構造が大きく変わる「相変態」と呼ばれる現象が、凝固割れの抑制に深く関与していることを世界で初めて突き止めた(図)。

「放射光によるアーク溶接のその場観察自体が世界初のことであり、観察装置の開発は試行錯誤でした。他の材料を対象に10年以上にわたり培ってきたその場観察技術を活かすことで達成した成果です」(柳樂)

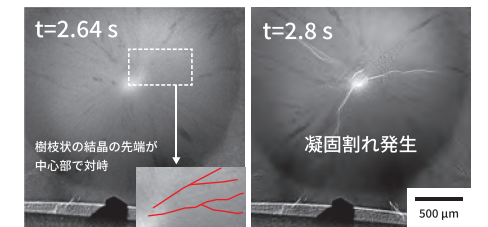
### 凝固割れの観察から予測へ

「我々の最終目標は、凝固割れを一切起こさない溶接技術の確立ですが、まずは凝固割れを低減するための指針の提案を目指します」(柳樂)

また、唯一無二の観察装置から生まれるX線透過像は金属の溶接技術に関する知見の宝庫だ。柳樂は今後、それらをデータベース化すると共にデータ駆動型研究へ

と展開し、「凝固割れを起点とする破壊のメカニズムの解明につなげたい」と意欲を燃やす。

### 凝固割れした組成



### 凝固割れが抑制された組成

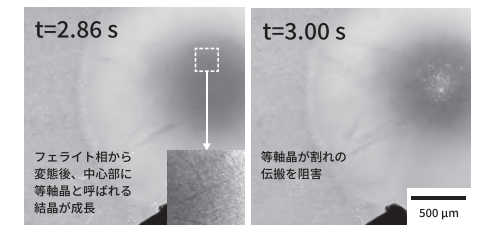


図 鉄・マンガ・シリコン合金の組成比を変えた2つの試料に対し、スポット的にアーク溶接を施した際に溶融・凝固が生じる様子を、X線イメージング技術により0.02秒単位で撮影した。その結果、溶解から凝固までオーステナイト相のまま推移する場合(上図)には凝固割れが発生した一方で、フェライト相からオーステナイト相へと相変態する場合(下図)には、凝固割れが抑制されることが明らかになった。

RESEARCH 5

### 広範囲かつ微細に3次元で。材料を観る“目”を研ぎ澄ます



**原 徹**  
Toru Hara  
微細組織解析グループ  
グループリーダー

PFIB-SEMでは、試料上方からプラズマ集束イオンビーム (PFIB) で原子1層ずつ削りつつ、走査型電子顕微鏡 (SEM) で2D画像を取得。それを重ねることで3Dの再構築画像が得られる。

構造材料を長期間使っていくうちに生じる、変形や破壊、腐食といった現象の数々。

原徹は電子顕微鏡をベースにした解析技術によりそれらの現象のメカニズムに迫り、さまざまな研究の進展に寄与している。

#### 進化を遂げる電子顕微鏡

ナノメートルからミリメートルまで、幅広いスケールの材料組織が、その特性に影響を及ぼす構造材料。どのような組織が材料特性を支配しているのか。それを明らかにする上で、解析技術の革新は極めて高い意義を持つ。

「そこで我々が進めてきたのが、『直交配置型FIB-SEM』や『PFIB-SEM(上写真)』など、電子顕微鏡をベースとした先端装置と、解析技術の開発です」と原は語る。

これらの装置の特徴は、構造材料の微細組織を、詳細かつ広範囲にわたり、3次元的に観察できる点にある。いずれも、試料の表面をイオンビームで薄く削りながら、走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察していく。そうして得られた数百枚にも及ぶ断層画像をコンピュータで再構築することで、試料の3次元組織像が得られる。組成や結晶方位など、多角的な解析が可能だ。

「直交配置型FIB-SEMは2011年に1号機を導入しましたが、より広範囲を詳細に観察したいとの要望に応え、新たに2020年に

導入したのがPFIB-SEMです。試料の表面を削る速度を高速化したことで、従来の約1000倍という大体積の3次元組織を観察できるようになりました」(原)

#### 金属疲労の定説を覆した!

原はこのPFIB-SEMを使って、金属の疲労に関する長年の謎を解き明かした。金属は長時間使用していくうちにマイクロな亀裂が成長し、やがて破断に至る。古くから知られる現象でありながらも、破断に至るメカニズムは未解明だった。

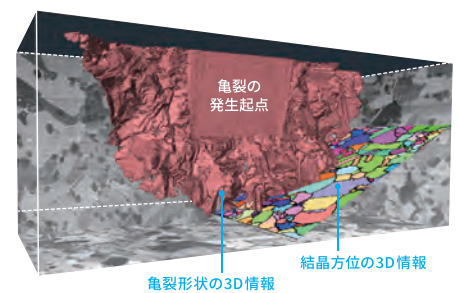
「この問題に、疲労特性グループの西川嗣彬主幹研員と取り組みました。あえて亀裂を生じさせたニッケル基合金を、私たちのグループで観察し、西川が構築したプログラムで3次元化したことで、亀裂が金属結晶のどの結晶面を通して成長しているか、初めて明らかにできたのです(図)」

この成果は、従来の定説を覆す発見として専門家間で話題を呼んだ。

また、NIMSが注力している重点課題の1つに、水素エネルギー関連材料がある。

その中で、避けて通れない問題が「水素脆化」だ。水素原子が金属に入り込むことによって金属がもろくなり、破壊を引き起こす現象を指す。今後、原らは材料研究者と共同でそのメカニズムにも迫っていくという。「水素が吸蔵されている金属と吸蔵されていない金属を比較することで、亀裂の生じ方の違いを解明できるのではないかと期待しています。ほかにも、構造材料開発において“観る”ニーズは尽きません。PFIB-SEMなど最新鋭の武器を駆使して、さまざまな研究の進展に寄与していきたいと思っています」(原)

図 亀裂を加えた合金の微細組織と結晶方位の3次元像



(詳細はNIMS NOW Vol.23 No.2 P.10参照)。

航空機エンジンなどで長期使用される耐熱材料の特性を実験で評価するには、多くの時間とコストがかかる。佐原亮二は、コンピュータシミュレーションの高精度化により、特性評価や新材料開発の高速化を支えている。

#### 正確なシミュレーションを阻む計算誤差の壁

耐熱金属の強度・靱性などの特性には、ナノスケールの原子・電子の動きから、マクロスケールの微細組織までが密接に関係しており、マルチスケールでの複雑な制御を要する。そのため、いまやコンピュータシミュレーションによる予測が不可欠なものとなっている。

原子の結合状態や電子状態は、量子力学に基づく「第一原理計算」によって精密に予測できる。しかし、扱える空間や時間のスケールが非常に小さく、スーパーコンピュータをもってしても、マクロな微細組織を扱うことは困難だ。それに対し、マクロスケールを扱う「フェーズフィールド(PF)法」と呼ばれる手法がある。ただしPF法では、材料の使用温度域が高くなるほど計算の誤差が顕著になるという弱点がある。その補正には、一部パラメータに実験値を入力する、という方法がとられてきた。佐原はこう説明する。

「PF法は、実験後の検証には使えても、予測はできませんでした。そこで、第一原理計算とPF法を組み合わせることで、シミュレーションのみで予測可能にしたいと考えた私は、横浜国立大学と共同で、第一原理計算とPF法を連結させる手法の開発に着手しました」

#### 耐熱材料の微細組織の予測が可能に

佐原らは、第一原理計算のミクロな結果をマクロな計算へと反映するため「ポテンシャル繰り込み理論(図1)」という独自の理論を開発。これを導入し、2019年に発表したのが「第一原理PF法」だ。世界で初めて、実験値のパラメータを一切使うことなく、物理の基本法則のみをベースに、耐熱材料の複雑な微細組織をシミュレーションできるようになった。微細組織がわかれば、そこから強度などの特性も推定できる。

「実際に第一原理PF法を用いて、ニッケルとアルミニウムから成る超耐熱合金や、

通称『64チタン』と呼ばれるチタン合金について、微細組織のシミュレーションを実施しました。その結果、組成比を変えた各10パターン以上の計算値のどれもが、実験値とほぼ一致することが確認できました(図2)」(佐原)

今後、佐原らは第一原理PF法の適用範囲をさらに広げ、母相の結晶格子に他の元素が入り込んだ「侵入型固溶体」や、従来の合金に比べて高い強度・靱性・耐熱性をもつとされる「ハイエントロピー合金」などの予測にも適用させていく計画だ。

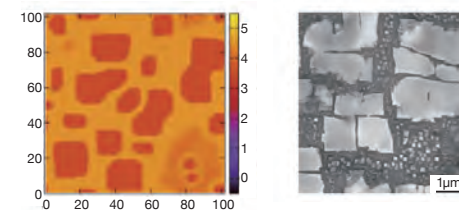


図2 ニッケルアルミニウム(NiAl)合金の微細構造理論予測と実験との比較  
1027°CにおけるNi82%-Al18%の合金について、「第一原理PF法」で予測した微細組織(左)と実験で得られた電子顕微鏡画像(右)。角ばった形状の析出物の出現が予測できている。

RESEARCH 6

### 物理の基本法則のみで耐熱材料の微細組織を予測!



**佐原 亮二**  
Ryoji Sahara  
計算構造材料グループ  
グループリーダー

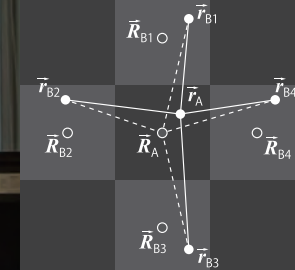
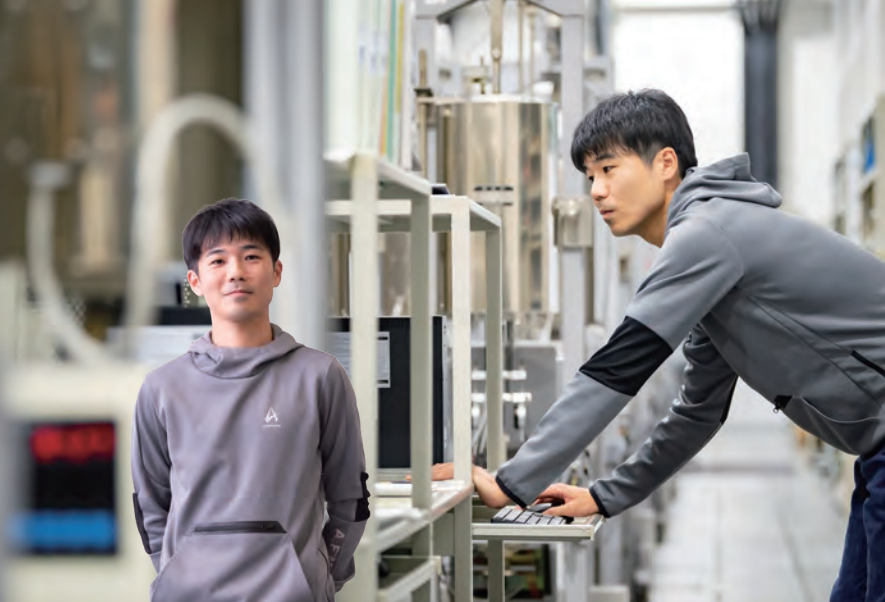


図1 「ポテンシャル繰り込み理論」の概念図  
この手法のポイントは、結晶の格子内(四角いセル内)において位置の自由度を持つ原子( $r_A$ )が、隣接する原子( $r_{B1} \sim r_{B4}$ )から受けるポテンシャル(実線)を、格子の中心点( $R_A$ )が受けるポテンシャル(点線)で代表させる点にある。この手法により、第一原理の結果をPF法のマクロな計算に精度を損なわず反映することができる。



畠山 友孝  
クリープ特性グループ  
研究員

# Tomotaka Hatakeyama

## ターゲットは積層造形材！ 金属組織と長時間クリープ強度の 関係を解き明かす

金属の積層造形手法「レーザ粉末床溶融結合法（L-PBF）」は、複雑な構造を一体成型できる画期的な技術です（P.8に模式図）。ただし、高い信頼性を要する部品にこの造形法を適用するには、その金属組織と特性との関係について、学理の構築が不可欠です。

私は現在、L-PBFにより造形した耐熱鋼（改良9Cr-1Mo鋼）の長時間クリープ試験を実施しています。クリープ試験とは、高温下（500～700℃）で試験片を一定の力で引っ張り、伸びの変化や破断までの時間を測定する試験です。この鋼の通常製法材（ casting・圧延・熱処理材）はマルテンサイト単相組織ですが、L-PBF造形材には、局所加熱と超急冷の繰り返しにより、マルテンサイト相とフェライト相からなる複雑な二相組織が形成されます。一方、二相からなるL-PBF造形材に熱処理を行うと、通常製法材と同様の、マルテンサイト単相組織が得られます。これらの金属組織を持つL-PBF造形材が、通常製法材と同等の信頼性を持つのか——長時間クリープ試験により評価することで、積層造形材の適用範囲の拡大に貢献していきます。



液体窒素温度下での「低ひずみ速度引張試験」の様子（破断した試験片はP.2写真）。

## 低温環境で水素脆化はどう進む？ 特性データの蓄積で水素社会に貢献する

私も岡田さん（左下）と同様、「水素脆化」をテーマに、低温環境での材料評価試験に取り組んでいます。現在、水素インフラ用製品の強度設計を行う上で課題となっているのが、耐水素脆化特性データの不足です。特に、水素運搬の効率化に最適な液化水素は、-253℃もの極低温。水素インフラを整備する上で、低温環境における材料の特性評価は急務なのです。

試験の一例が「低ひずみ速度引張試験」です。液体窒素（沸点-196℃）などの寒剤の中で、水素をあらかじめ吸蔵させた金属材料に引張負荷をかけ、極低温環境において水素脆化がどのように生じるかを調べています。破断後には、走査型電子顕微鏡（SEM）などを駆使して壊れた材料を観察し、「なぜ水素が材料特性を低下させるのか」にも迫っています。他にも、破壊靱性や疲労特性など、製品の設計に不可欠なデータの取得を進めており、日々、材料の水素適合性と向き合っています。

和田 健太郎  
極低温疲労グループ  
研究員

# Kentaro Wada

# 未来の担い手たち

次世代構造材料の開発に向けた若き研究者たちの挑戦をご紹介します。

# Kazuho Okada

岡田 和歩  
鉄鋼材料グループ  
研究員

## 高強度で水素に強い鉄鋼材料を。 マイクロ組織の制御で破壊を抑制する

水素の侵入によって材料の強度特性が低下してしまう現象「水素脆化」は、水素エネルギー活用の機運が高まる中、鉄鋼材料開発の難題として立ちはだかっています。というのも、鉄鋼材料を高強度化すると耐水素脆化特性が低下してしまうという、トレードオフ問題があるのです。そこで私は、これを打ち破るために、鉄鋼材料の変形・破壊に水素が及ぼす影響を調べています。

最近の研究では、低炭素マルテンサイト鋼（代表的な高強度鋼）に簡単な熱処理を行い、結晶粒同士の境目（粒界）に存在する炭素を増加させることで、強度を保ったまま耐水素脆化特性を向上させることに成功しました。炭素の増加によって、破壊起点である粒界の結合が強化されたとともに、粒界に水素が集まる現象が抑制されたことが、特性向上のメカニズムであると考えています。他にもさまざまな観点から、高強度と高破壊耐性を両立する鉄鋼材料開発のヒントを探っています。



鉄鋼材料の組織をコントロールする上で一般的な、熱処理のプロセス。塩を溶解させた高温の「ソルトバス」に材料を入れ熱処理を行う。熱処理温度や冷却速度によって鉄鋼材料の特性は大きく変化する。

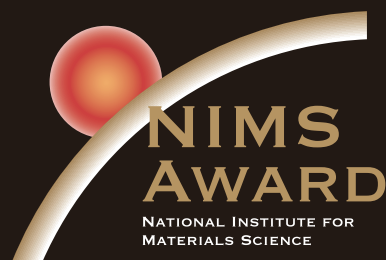




ディエルク・ラーベ氏

Prof. Dierk Raabe

マックスプランク研究所  
微細構造物理学・合金設計部門 ディレクター  
アーヘン工科大学教授



## 2023受賞者インタビュー

構造材料分野で傑出した成果を挙げた受賞者の特別インタビューをお届けします。

### 「金属工学において持続可能性を追究しつづけることこそ私の使命」

—Dierk Raabe

#### Research Summary

ラーベ氏は、構造用金属材料のマイクロ組織とその化学的性質との相関や、金属材料の特性に加工プロセスが及ぼす影響を探究し、加工性まで考慮した高機能な金属材料の設計に取り組んできた。特に、アトムプローブトモグラフィや電子顕微鏡、フィールドイオン顕微鏡などによる原子スケールの解析と、機械学習解析とを組み合わせ、金属材料のマルチスケール解析を先駆的に実現。その手法を活用し、高強度・高耐久性を併せ持つ鉄鋼材料の開発に成功している。さらに、金属材料の持続可能性に焦点を当て、製造時の二酸化炭素の排出量を大幅に削減した一次生産プロセスの開発をはじめ、リサイクル性や水素耐性を考慮した合金の設計、水素による鉄鉱石の還元プロセスの解明など、産業を刷新し得る成果を生み出し続けている。

いう責任が生じることを意味します。「持続可能性」は単なる流行語ではなく、道徳的な責任なのです。だからこそ私は、その持続可能性を追究し続けることに深い責任を感じており、実際に取り組んでいるのです。

#### — 今後の目標をお聞かせください。

特に鉄鋼材料やアルミニウム合金において、持続可能性に関わる基本的な現象やメカニズムをより深く理解したいと考えています。産業界は製鉄法として、水素を利用した鉄鉱石の還元プロセスの開発や、石炭を用いた従来型の高炉プロセスのさらなる効率化などに大規模な投資を始めている一方で、酸化還元プロセスの基本的なメカニズムをまだ十分に理解しているとは言えません。鉄鋼産業の規模は巨大ですので、技術のごく小さな進歩や変化ですら大きな競争力と持続可能性をもたらしますし、基礎研究の深化にもつながります。この道において、材料科学分野で世界最高の研究機関の1つであるNIMSは素晴らしい研究パートナーとなり得るでしょう。

#### — 受賞の感想をお聞かせください。

今回の受賞は大変名誉なことで、私だけでなく、共に研究する機会に恵まれた若手研究者や同僚、世界中の専門家たちの功績を称えるものです。そして、二酸化炭素(CO<sub>2</sub>)の削減という世界的課題の解決策を求めて知識の限界を突破しようとする、金属工学コミュニティの集団的努力の証しです。この賞は、金属工学において持続可能性を追究しつづけることこそ私の使命であると再認識させてくれました。

#### — 金属材料の持続可能性に焦点を当てた背景は。

現在、金属材料の年間生産量は約20億トン(そのうち約18.5億トンが鉄鋼材料)ですが、これは2050年までに約2倍に達すると試算されています。金属材料のほとんどは採掘や製造に多くのエネルギーを要し、その過程で排出するCO<sub>2</sub>は全産業の約40%にもなります。このことは、金属製品が市場を席卷すればするほど、それを生み出す側に環境問題への対処と



NIMS NOW vol.23 No.5 通巻202号 2023年11月発行

国立研究開発法人 物質・材料研究機構

〒305-0047 茨城県つくば市千現 1-2-1 TEL 029-859-2026 FAX 029-859-2017 E-mail inquiry@nims.go.jp Web www.nims.go.jp

定期購読のお申し込みは、上記FAX、またはE-mailにて承っております。 禁無断転載 © 2023 All rights reserved by the National Institute for Materials Science

表紙：表紙写真：マグネシウム箔 (P2に解説) 撮影：塚田直寛 (STASH) (表紙)、石川典人 (P2-15) 文：山田久美 (P6-7、P10-13)、竹林篤実 (P8-9) デザイン：Barbazio 株式会社



古紙配合率 70% 再生紙を  
使用しています



植物油インキを使用しています

ISSN 2436-3502