

## 構造材料の環境脆化における水素の機能に関する研究

(研究期間：第 期 平成13～14年度)

研究代表者：南雲 道彦(早稲田大学 理工学部 教授)

### 研究課題の概要

構造材料の分野では、近年の省エネルギー・地球環境問題の理由からも材料の高強度化が要望されているが、材料の高強度化には環境脆化感受性の増加という宿命的な傾向が伴う。また、水素燃料、生体環境などの新しい環境条件への対応も必要となっている。

本研究では、環境脆化における水素の機能という従来の研究では手詰まりの状態にあった積年の大課題を、新実験技術・解析手法を開発・駆使して解明することを目指す。そのために、第 期では脆化の主役である材料中の水素の機能について、表面反応に伴う水素侵入と環境脆化プロセスの解明、材料中の水素の分布、存在状態の解析及び脆化に寄与する水素の評価、材料の脆化機構の解明及び脆化感受性の低減について、材料因子・環境因子・力学因子の複合的な作用に着眼し、要素技術開発を中心に推進した。第 期では、これらの研究を発展させて環境脆化の全プロセスを総合した材料設計を進めることを目指し、プロジェクトを環境効果と材料の評価、水素侵入抑制と耐割れ性に優れた材料設計指針、化合物材料の環境脆化を支配する組織構成因子の抽出の3つのサブテーマに再編し、高強度鋼、チタン合金、アルミニウム合金、金属間化合物、セラミックスなどの種々の材料を横断的に捉えながら、各材料の特殊性と普遍性を抽出するという総合的な視点で研究を推進した。

### (1) 総評

本研究は、従来は難しかった材料中の水素の挙動を把握する技術を開発し、水素可視化技術の大幅な進歩が得られたとともに、従来の水素脆化機構を一新する新しい水素脆化機構モデルを提案・実証した。

水素可視化技術では、走査型原子間力顕微鏡(AFM)による環境中での割れの動的ナノスケールその場観察、放射光を用いたマクロな割れ進行その場観察、材料表面の局所電気化学状態の観察、高感度水素マイクロプリント法による水素局所分布の観察、水素を利用した格子欠陥検出法など、多くの手法で積極的に取り組み、マクロからナノスケールに至る広い範囲で、水素の存在状態のキャラクタリゼーションを行い、表面反応から材料中の水素存在状態・内部割れまでの環境脆化プロセスの総合評価を可能とした。

水素脆化機構では、鋼の水素脆性は水素自体ではなく、塑性変形で誘起された原子空孔が関係しているという新しい脆化機構モデル(原子空孔凝集モデル)を提案・実証し、材料設計の基本原理の基盤を構築しているが、もっと応用性の高い材料設計指針の確立まで達成できれば、さらに評価できた。

本研究では多くの発明・発見を得ているにも関わらず、知的財産の認識が不十分で特許出願件数が少ない。また、得られた成果は金属材料、特に鉄鋼材料を中心とした成果であり、セラミックス、ガラス、金属間化合物材料へのブレークスルーが不十分であった。この他、各サブテーマ間の連携が必ずしも十分でなかったという課題が残された。

以上のとおり、総合的に構造材料の環境脆化における水素機能の解明は概ね進捗し、研究成果は高いと評価され、優れた成果が得られた研究であったと言える。

<総合評価：b. 優れた成果が得られた研究であった>

## (2) 評価結果

### 目標達成度

第 期では、第 期における要素技術の開発を進展させ、水素による破壊過程の「全プロセスを総合した材料設計指針」の確立をを目標とした。

高強度鋼を中心に新しい脆化機構を提案・実証し、この機構をもとに鉄鋼組織因子（析出物、粒径、粒界相）による脆化特性の明確化、また、環境下の割れ発生・成長をその場観察によりマクロからナノスケールに至る広い範囲で評価できる新評価手法の開発など、当初の機構解明の目標達成は認められる。しかし、こうして解明された環境脆化感受性の決定因子が、高強度鋼の性能など実用材料の設計指針となる普遍的な原理として確立されたとは認めにくい。

### 研究成果

材料の評価法に関しては、Ni 触媒効果を利用し従来の水素マイクロプリント法と比べ約 40 倍の検出感度と 0.1 μm の空間分解能を達成する世界初、高感度高分解能の定量的水素可視化手法を開発、また、核反応チャネリング法により格子間水素の位置変化を 0.01nm の精度で検出する手法を開発するなど、今まで実体が捉え難かった材料中の水素存在状態を観察することが可能となった。また、水素侵入を抑制する材料設計として、C 量の増加及び Cu 添加の効果が有効であること、弱い結合の拡散性水素が脆化に関与することなどを見出した。鉄鋼の水素脆化機構に関しては、水素量が鋼の水素脆化の決定因子とする従来の考えを一新し、塑性変形で誘起された原子空孔密度に注目した革新的観点から新しい脆化機構モデルを提案・実証した。

以上のように、本研究では多くの発明と発見、それに基づいて従来の通説を一新する考えが得られ、科学的・技術的価値は非常に高く評価できる。

また、開発した手法は、高強度鋼と同様に水素によって脆化が生じると考えられる材料中の水素の定量的可視化、あるいは、積極的に水素を利用する材料中の水素分布の測定などに適用が可能であり、科学的・技術的波及効果は十分に期待できる。

科学的・技術的価値が高く評価できる一方で、特許出願の件数が 2 件と少ない。また、民間の参画がありながら、知的所有権に関する議論が十分になされたとは言いがたい。科学的・技術的波及効果も十分期待できるため、今後、知的所有権の分野にも力を入れて一層取り組んで欲しい。

### 研究計画

本研究では、鉄鋼材料、金属間化合物、セラミックスなど種々の材料を横断的に捉えながら、各材料の環境脆化機構の解明と新しい材料設計指針の確立を目指している。特に、評価手法では、ひとつの手法にとらわれず色々な視点から研究を進めた点、またこれまで十分な研究が行われていなかったセラミックス、ガラス材料などの環境脆化に関して研究を進めたことは挑戦的で、学術的観点・工業的観点からも高く評価できる。しかしながら、本研究の主たる課題である水素脆化機構の解明、新解析手法の開発や材料設計指針の対象は金属材料が中心で、予算配分でも金属材料に偏りすぎている。今後、金属材料対象として開発された解析方法について、セラミックスやガラス材料などへの適用性を見極め、各種材料への評価方法として具現化されることを期待する。

### 研究体制

第 期では、第 期の要素技術開発中心の個別課題を 環境効果と材料の評価法に関するテーマ、 水素脆化感受性を低減するための材料設計指針に直結するテーマ、 金属間化合物、セラミックスの化合物材料の環境脆化に関するテーマに再編し、鉄鋼材料、金属

間化合物、セラミックスなどの種々の材料を横断的に捉えながら、各材料の特殊性と普遍性を抽出する研究体制で取り組んだ。

個別課題を各々のテーマに集約することにより個々の研究に進展が見られるが、材料の評価法の成果が鉄鋼材料・化合物材料の各種材料の設計指針にどのように活かされたかなど、サブテーマ間へのブレークスルーが認めにくいものもあり、総合的融合的な研究体制が十分であったとはいえない。

#### 中間評価の反映

中間評価では、第 期での脆化素過程に対する要素技術の成果を、脆化の全プロセスを総合した材料設計へと展開するために、第 期に提案されたメカニズムの実証と体系化へ一層取組むと同時に、それらを実用的に活かすための材料評価方法と材料設計指針の確立につなげる研究体制に再編し、各テーマ連携を密に行う勧告を受けている。

この勧告を元に、第 期においては、環境効果と材料の評価法、水素侵入抑制と耐割れ性にすぐれた材料設計指針、化合物材料の環境脆化を支配する組織因子の抽出、の三つのサブテーマに再編制し、連携を密にしながら研究を推進してきた。その結果、個別課題に対しては優れた成果がでていますが、実用的に活かすための材料の評価方法、材料設計指針の確立に関しては、各サブテーマ間の連携が十分であったとはいえない。

#### ( 3 ) 評価結果

総合評価	目標達成度	研究成果			研究計画	研究体制		中間評価の反映
		科学的・技術的価値	科学的・技術的波及効果	情報発信		代表者の指導性	連携・整合性	
b	b	a	a	b	b	b	b	b