

2 . 研究成果

2.1 目的

鉄鋼のリサイクル過程において不可避免的に混入してくる精製可能な不純物元素の有効利用技術を開発し、精製段階の環境負荷低減と使用段階での環境負荷低減を同時に達成する。これにより、現行技術で得られる回生材を原料とするリサイクル鋼材の高強度化を達成する。具体的には、不純物元素の凝固偏析技術を開発し、結晶粒微細化技術を適用することにより、鋼材の強度1.5倍化を目指す。また、表面性状評価や変形挙動及び金属組織解析を行い、回生材に混入・形成される物質の複相化により高性能化を得るための基礎研究を行う。

2.2 年次目標

本プロジェクトは、省庁横断的に実施されてきたミレニアムプロジェクトの一環として、文部科学省（平成12年当時・科学技術庁）の推進する事業、「高品質のリサイクル鉄製造技術」研究として、平成12～16年度の5ヵ年計画で推進されてきた。以下に年度ごとの研究達成目標を記す。

平成12年度：不純物均一化技術のハード開発と1キロオーダーの分析素塊の作製を行う。

平成13年度：10キロ分析素塊での不純物均一分布制御因子の整理を行う。

平成14年度：10キロ分析素塊で強度1.5倍化の高性能実現を行う。

平成15年度：数10キロオーダー素塊のリサイクル鋼創製設備を整備する。

平成16年度：数10キロオーダー素塊でのプロセス制御因子の解析を行う。

これらは、第5章で後述するように、年度ごとに全てよく達成された。

2.3 研究計画と実施体制

本プロジェクトは、前期2年、後期3年の5ヵ年計画で構成され、前期2年では、上記年次目標の中で基礎要素研究を行い、後期3年では、同様に、実用化に向けた応用技術展開を目指した研究を行った。

まず、前期2年では、不純物元素の融合化技術、回生異物の融合化技術の基礎検討を行い、スクラップを原料とする生産・廃棄一体化プロセス技術開発、ユニアロイ・素材統合化の材料デザインなど、次世代都市構想に資する材料プロセスに関する研究とともに、不純物無害化プロセス、不純物複合化プロセス、循環型複合化材料設計などの、次世代再生手法の研究を行った。具体的には、検討すべき基礎研究課題として、高不純物含有薄鋼板の創製技術、不純物分散中厚材の創製技術、スクラップ原料の部品化技術、変形・破壊の金属組織モデリング、研究成果利用に関する調査をあげ、研究を実施した。研究実施機関は物質・材料研究機構、連携機関として、三菱重工業（株）、住友金属工業（株）などのご協力をいただいた。

後期3年では、応用化対象として、社会的背景、また技術的課題の重要性から、想定目標を自動車部材に集中した。資源循環型社会構築のための製造プロセス、すなわち、低コ

スト・低環境負荷で、スクラップを原料とし、不純物を有効利用する広範囲性能実現プロセス技術開発に関する基礎研究を行った。ここでは、鉄鋼プロセスの中で、上工程から下工程まで一貫したプロセスを見通す視点から、各プロセスにおいて、革新的な技術開発基礎研究を行った。具体的には、急速凝固・冷却による鑄造組織制御、多方向加工、工夫した加工による微細組織制御・集合組織制御、キャラクタリゼーション、モデリングなどである。自動車部材の中でも、自動車鋼板すなわち板材と駆動系部品すなわち棒材とに分けて考え、それぞれに適したプロセスの適用・提言を行い、強度、延性、高速変形、破壊などの性能、あるいは疲労強度、靱性などの評価を行った。

また、研究計画の年次ごとの展開、研究の実施にあたっては、第5章に述べるように本プロジェクトの推進会議である「リサイクル・リユース等推進評価・助言会議」や、第3章に述べるように産学の有識者より構成される、研究計画のブラッシュアップ・研究結果のピアレビュー・研究成果報告など行うための研究検討委員会「循環型社会研究検討委員会」(平成12~13年度)、「自動車および家電に関するリサイクル技術」研究評価調査委員会」(平成14~16年度)において毎年、報告、答申を行い、円滑な推進を図った。

2.4 研究成果

以上の体制により、推進されてきた本プロジェクトの研究成果を以下、研究項目ごとにまとめる。

(1) 溶解・脱酸・凝固過程における脱酸生成物、介在物中不純物りんの挙動

高りん含有鋼における Mn-Si 脱酸・凝固時のりんの挙動について、化学平衡法を用いた熱力学的測定を行い、脱酸生成物、介在物である MnO-SiO₂ 系酸化物の脱りん能は非常に低いことを定量的に明らかにした。上記プロセスにおいてりんは鋼中に殆ど残留し、利用できることが分かった。

(2) 高不純物含有鋼塊、鋼板の創製技術および不純物偏析・分散の利用技術

高りん含有鋼、銅、硫黄、りん含有鋼からの 100mm 厚スラブ、2~3.6mm 厚ストリップ材の創製に成功した。高不純物鋼への急速冷却・凝固プロセスの適用により、2次デンドライトアーム間隔が微細化、特に鑄造粒径はりんの偏析の効果が顕著に出て微細化することがわかり、りんの添加効果、冷却速度と鑄造粒径の関係を定量的に把握することができた。ストリップ材においては不純物銅、硫黄系のナノサイズの微細な化合物が析出し、強度上昇に大きく寄与することがわかり、この析出制御に関して検討を加えた。

(3) リサイクル鋼創製設備の整備

薄スラブ CC~直送圧延プロセスの上工程を模擬した試験装置の開発・導入を行った。溶解、成分調整、鑄造、冷却を一貫して行うことのできるシミュレーターにより、可変の鑄込み幅を 50mm にして不純物含有インゴットを創製し、実機 50mm 厚薄スラブ材と同等の鑄造組織を模擬できることがわかった。また、新加工プロセスの開発を目指し、圧延

材料にせん断歪みを導入するためのクロスロール圧延機を導入し、効果的な圧延が可能であることがわかった。

(4) スクラップ原料の部品化技術

シース缶に市販溶製鋼材などの機械切削屑を真空封缶し、圧延加熱温度 700～1100 にて孔型ロールで固化成形した結果、素材相対密度 99.6%以上を示すポイドのない固化成形体を得られた。SCM435 鋼、Ti6Al4V 合金においては固化成形体の引っ張り強さは圧延温度とともに上昇し、素材を上回ることがわかり、種々のスクラップへの固化成形技術を適用することにより、直接回生プロセスの可能性を示した。

(5) 変形・破壊の金属組織モデリング

リサイクル材を結晶粒微細化により高強度化した場合の変形特性を、高速変形時の応力-ひずみ曲線について調べ、変形応力はホールペッチの法則に従うこと、均一伸び、全伸びは減少することがわかった。

(6) 新加工プロセスによる微細組織、集合組織の制御技術

二方向温間圧延によって創製した超微細粒鋼の集合組織を EBSD 解析した結果、りん添加により粒界方位差が増大したこと、導入したクロスロール圧延機によるせん断付与圧延によって創製した鋼中では、集合組織配向が崩れ、シャルピー衝撃試験の上部棚エネルギーを高めて低温まで維持し、延性脆性転移温度を低温に移行することがわかった。また、せん断付与圧延により、同じ塑性歪みでも結晶粒微細化効果が従来圧延より高くなることがわかった。また、下工程への鑄造材の性質の残留を考え、鑄込み厚方向で機械的性質はほぼ一定であるが、等方性は表面の方がよく、凝固速度の影響があることを把握した。

(7) 超微細粒棒鋼の創製・機械的性質

りん、銅などを含有した中炭素鋼に多方向圧延を加えて超微細粒棒鋼を創製し、機械的性質を調べた結果、従来鋼の 1.5 倍の高強度化を達成し、また耐久比（疲労限/引張強度）が 0.5 を超える高疲労強度化を実現した。また、微細粒の塑性変形をメカニズムを精緻に調査できる観察・解析手法を開発した。

(8) 表面欠陥検出の高性能化

開発材の表面欠陥を高精度に検出するため、回転磁界プローブを開発して適用し、漏洩磁束探傷試験法により鋼板表面における全方向のきずの検出を可能にした。

2.5 研究概要

(1) 溶解・脱酸・凝固過程における脱酸生成物、介在物中不純物りんの挙動

背景

不純物りんを生かす上で、溶解、凝固、脱酸時における熱力学的挙動を把握することは重要である。熱力学計算ソフトウェア ThermoCalc を用いて、高りん鋼をマンガン、シリコン脱酸したときの各成分の挙動を予測し、a)脱りん効率は非常に低いこと、b)従来の塩基性スラグ精錬と異なり、高温ほど脱りんされやすい、などの基本的知見を得ているが、実測による熱力学的知見はまだない。

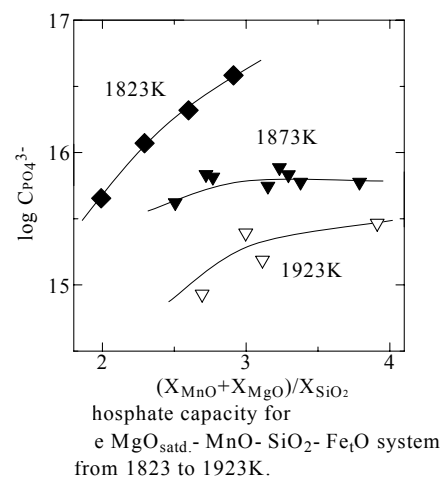
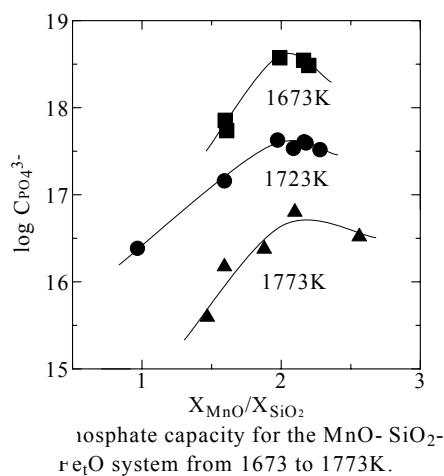
目的

高りん鋼のマンガン・シリコン脱酸に関して、実際に溶解実験を行い、りんの挙動を熱力学的に把握する。

研究手法

MnO-SiO₂-Fe₂O₃ 系スラグと固体鉄または溶鉄を平衡させ、両相中のりん、酸素濃度から以下の式で表されるりん吸収能の尺度であるフォスフェイトキャパシティを求め、評価する。

$$C_{PO_4^{3-}} = \frac{(\text{mass}\%PO_4^{3-})}{P_{P_2}^{1/2} \cdot PO_2^{5/4}} = \frac{K_1 \cdot a_{O^{2-}}^{3/2}}{f_{PO_4^{3-}}}$$



低温域（二次介在物）

高温域（脱酸生成物）

脱りん能は非常に低く、Mn-Si脱酸時にPはほとんどスラグ中へ溶け込まないことが分かった。

【文献】 Y. Kobayashi, N. Yoshida and K. Nagai: Thermodynamics of Phosphorus in the MnO-SiO₂-Fe₂O₃ system, ISIJ International, 44(2004), 21-26.

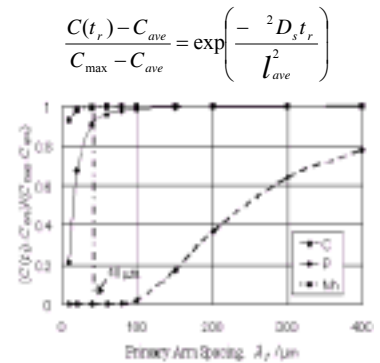
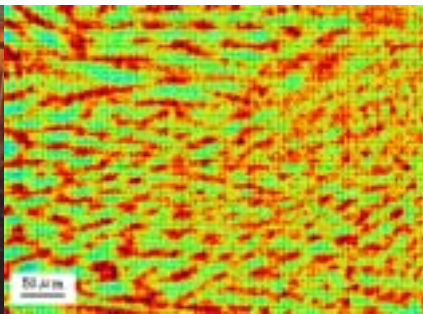
(2) 高不純物含有鋼塊、鋼板の創製技術および不純物偏析・分散の利用技術 - 1
背景

不純物を活用した鉄作りを考える上で、鑄造・冷却プロセスの利用は重要である。従来の連続鑄造よりも早い凝固・冷却速度を実現できる薄スラブ連鑄、ストリップキャストリングを適用した、不純物含有鋼鑄造に着眼した。



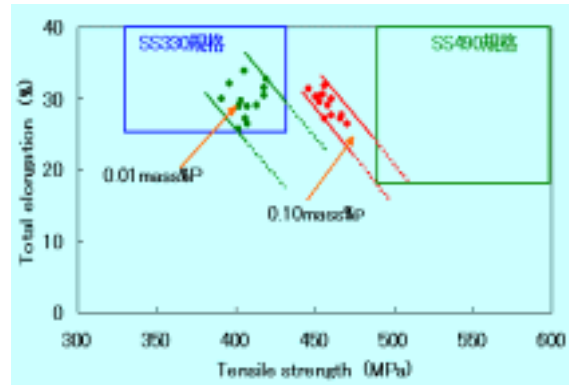
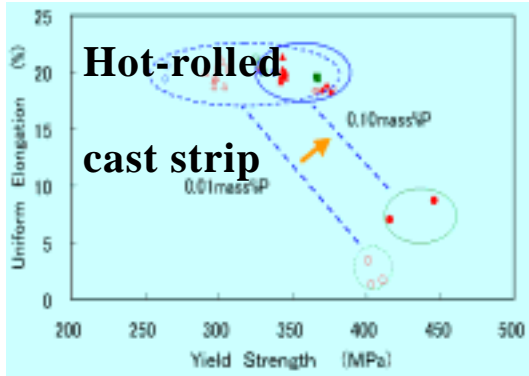
研究成果

1) 不純物P含有鋼の凝固現象の解明



広幅 600mm ストリップ創製試験 鑄片中の P 偏析状態 (CMA)

2) ストリップ鑄片を再加熱圧延し、機械的性質について調査



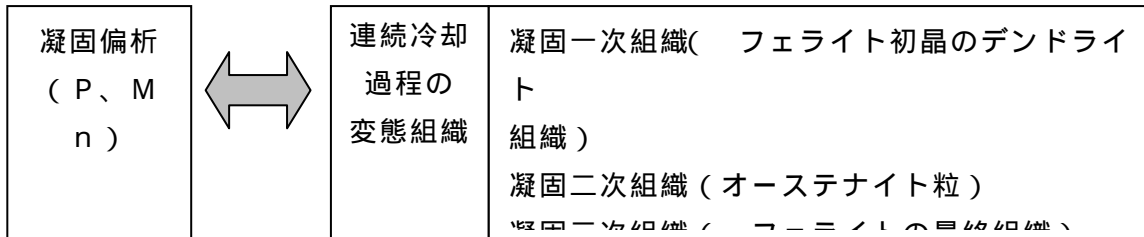
不純物 P は急冷凝固により微細に分散する。
 急冷凝固させた高 P 低炭素鋼の再加熱圧延では強度/延性バランスが向上する。
 急冷凝固 + 新制御圧延技術の利用
 再生材の目標である従来材の 1.5 倍の強度が得られた。

【文献】 K. Hirata, O. Umezawa and K. Nagai: Microstructure of Cast strip in 0.1 mass% C Steels Containing Phosphorus, Materials Transactions, 43(2002), 305-310.

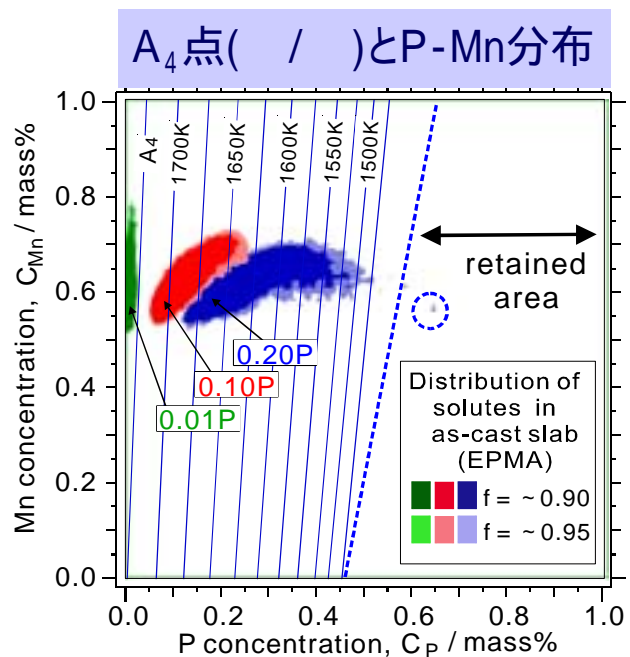
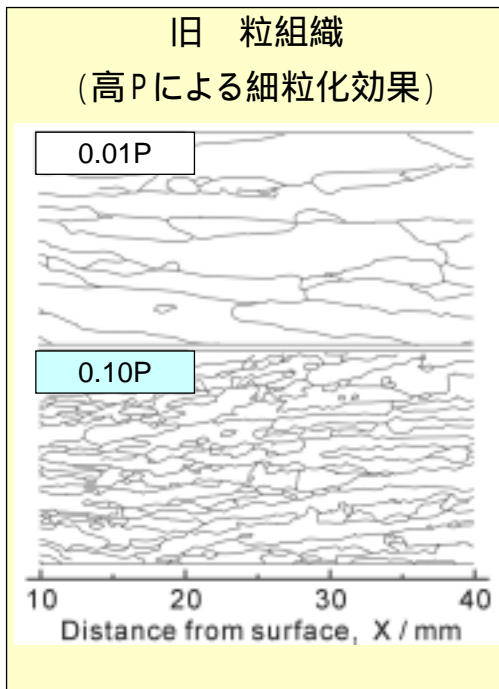
(2) 高不純物含有鋼塊、鋼板の創製技術および不純物偏析・分散の利用技術 - 2

研究目的

高りん鋼の凝固組織について、特に凝固偏析に注目し、連続冷却下で相変態を経た組織形成挙動を明らかにする。



0.01 ~ 0.20% りん含有鋼の 100mm 厚さ連続铸造スラブを試作した。その結果、りんを 0.1%以上含有するスラブのオーステナイト組織は、粒径 0.8mm であり、低りん(0.01%)材のオーステナイト(粒径 1.6mm)に比べ、1/2 に細粒化することが判明した。

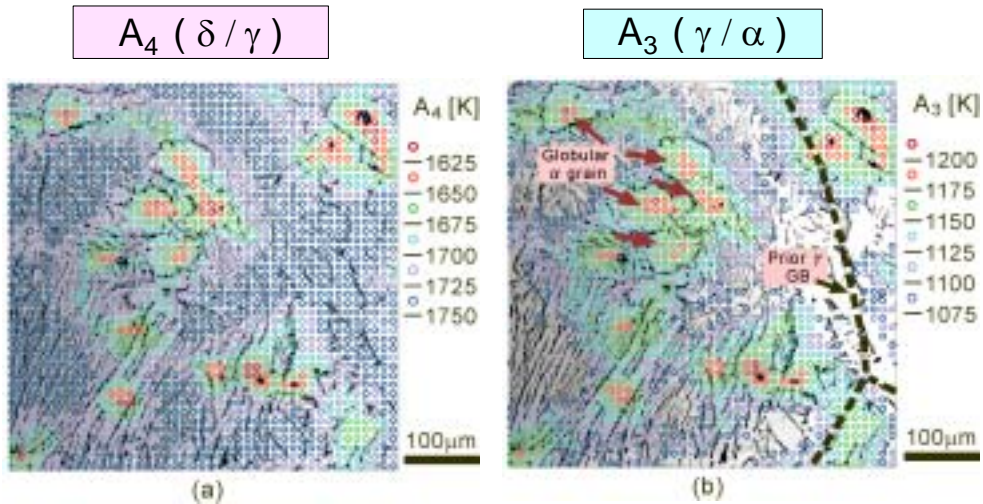


Pのミクロ偏析を利用した組織制御
フェライト安定化元素Pが偏析することにより偏析部の局所変態温度 (/)が低下し、粒成長抑制されることがわかった。

【文献】N. Yoshida, O. Umezawa and K.Nagai: Influence of Phosphorus on Solidification Structure in Continuously Cast 0.1 mass% Carbon Steel, ISIJ International, 43(2003), 348-357.

鋼中不純物を有効利用するために、りん含有鋼の 100mm 厚スラブ連鋳を行った結果、不純物りんの偏析などにより鋳造組織が微細化されたことがわかった。

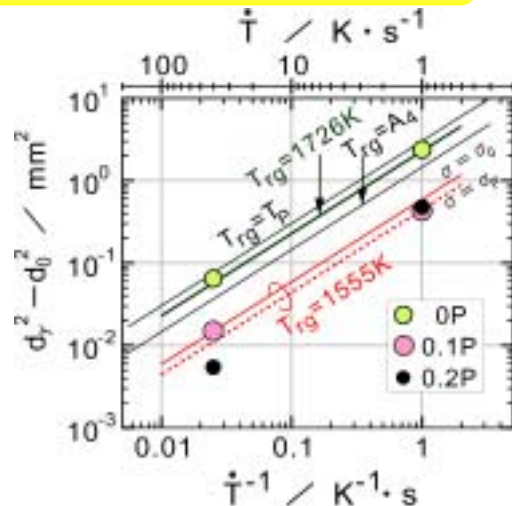
**0.1%P 含有スラブのりん偏析による A_4 点、 A_3 点の変化を
局所平衡マッピング法により把握した。**



りんの偏析により、鋳造 粒の成長が抑制されるとともに、特に濃化した部分では 相が低温まで残留することがわかった。

2mm 厚のストリップ鋳片、100mm 厚の薄スラブ鋳片、その他の実験値とも、冷却速度(T)の逆数と、 粒の二乗成長量($d^2 - d_0^2$)の対数は直線関係を満たし、その挙動を古典的粒成長モデルで整理することができた。

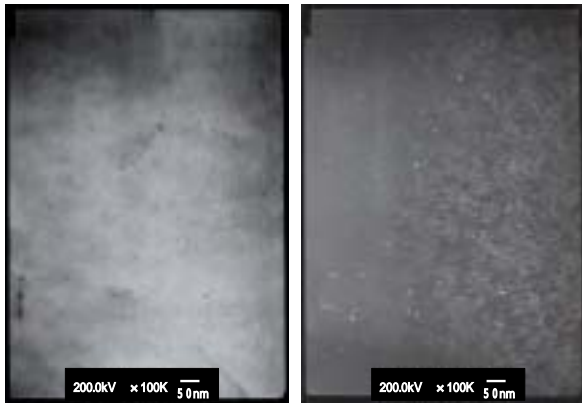
また、りん含有の影響を、 粒急成長開始温(T_{rg})低下と粒界面エネルギー()低下として組み入れることにより、鋳造 粒径の固相冷却速度とりんの効果の二大因子による予測が可能となった。



冷却速度と鋳造 粒の関係を、りんの影響も含めて定量的に示すことができた。

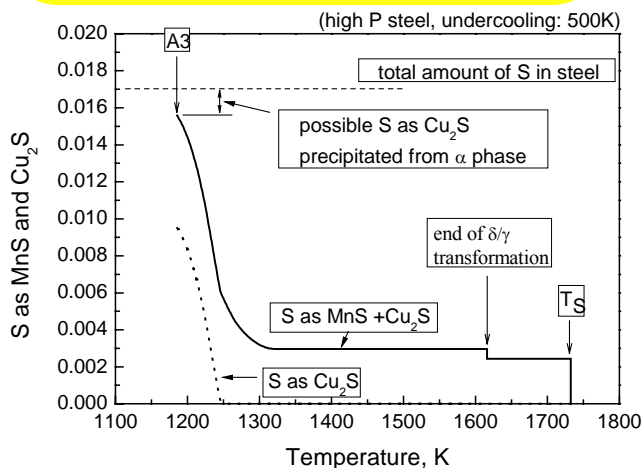
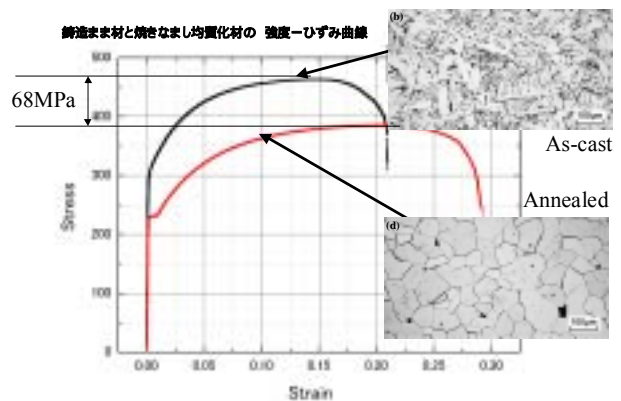
【文献】吉田直嗣、小林能直、長井寿: ニアネットシェイプ CC における鋳造 粒径の予測、

不純物含有鋼の急冷ストリップ鋳片の機械的性質向上のメカニズム、鋳造組織などを明らかにするため、鋳片の観察・解析を行った。



TEM 観察を行った結果、平均 15nm の微細な析出物が確認 され、解析により 主成分は f.c.c.構造を持った Cu₂-xS であることがわかった。

鋳造まま材と焼きなまし材の歪み - 応力曲線を調べた結果、鋳造まま材の方が強度が高く、この強度上昇の原因は修正された Asby-Orowan の式を用いて検討した結果、析出物の微細化による寄与が約 80%を占め、強化機構で重要な役割を果たしていることがわかった。



凝固・冷却過程における硫化物(MnS、Cu₂S)の生成量について、熱力学的・速度論的凝固検討を行った結果、固相冷却速度が大きいと、域での MnS の生成が抑制されること、りんが共存すると A₃ 点が上昇し、硫化物の析出が領域まで持ち来され、同化合物の微細析出に有利なことが分かった。

【文献】1) Z. Liu, Y.Kobayashi and K. Nagai: Effect of Nano-Scale Copper Sulfide Particles on the Yield Strength and Work Hardening Ability in Strip Casting Low-Carbon Steels, Materials Transactions, 45(2004), 479-487. 2) Z.Liu, Y.Kobayashi and K.Nagai: Effect of Phosphorus on Sulfide Precipitation n Strip Casting Low Carbon Steel, Materials Transactions, 46(2005), 26-30

(3) リサイクル鋼創製設備の整備

本プロジェクトは、上工程から下工程まで一貫した視点から、リサイクル材の創製を目指している。実プロセスを念頭に置いた基礎研究を行う上で、数10キロオーダー素塊のリサイクル鋼創製設備を整備することは重要で、溶解、成分調整、鑄造、冷却を一貫して行うことのできるシミュレーターおよび、工夫した圧延を行うためのせん断付与圧延装置を導入した。

1) 組織制御溶解装置



溶解部、鑄造部、冷却部よりなるシミュレーター。誘導溶解方式で、最大溶解量35kg、鑄造部は鑄込み厚可変の水冷銅分割鑄型、鑄片加熱用コイル装備、冷却部は二次冷却としてミストスプレーが可能。内部測温可能。

これを用いて50mm厚炭素鋼インゴットを創製し、実機50mm厚薄スラブ連鑄片と同等の組織が得られることがわかった。

2) せん断付与圧延装置



400mm幅のワークロールを持った2highタイプの圧延機で、最大圧延速度30m/min、最大クロス角10°のせん断付与圧延が可能。

これを用いてせん断付与圧延を行い、

集合組織のランダム化により、材料の靱性が向上すること、同じ塑性歪みでも従来圧延より結晶粒微細化効

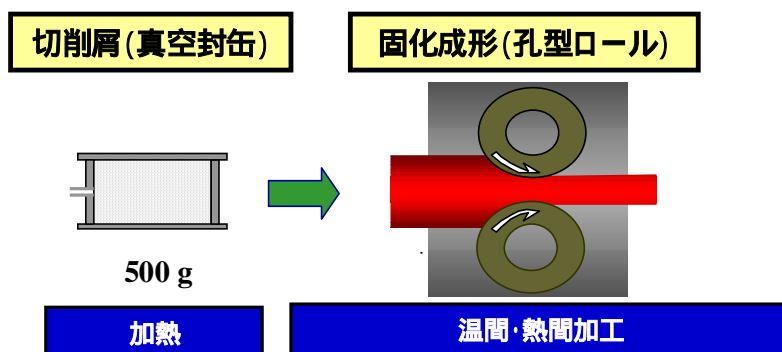
材料創製の上・下工程における大型シミュレーターを導入し、実プロセスの模擬、および基礎現象の検討を行うことができた。

(4) スクラップ原料の部品化技術

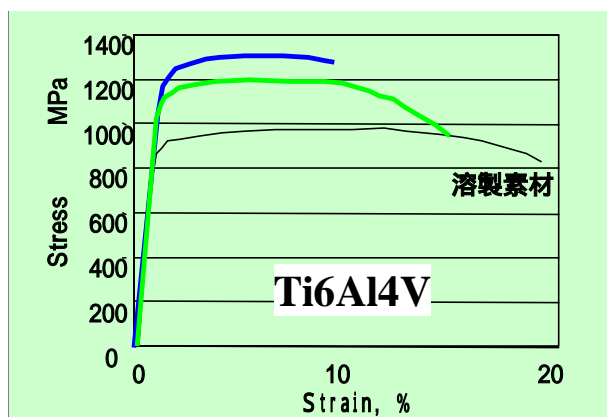
スクラップの溶解過程には大きなエネルギーが必要なため、切削屑を溶解せず直接固化成形するプロセスの開発を試みた。

直接回生プロセス

研究成果： シ - ス缶 (S45C) に市販溶製材の機械切削屑を真空封缶し、圧延加熱温度 700 ~ 1100 にて孔型ロールで固化成形した。



鉄系、チタン系、アルミ系、ステンレス系、金属基複合材



原料を上回る特性実現

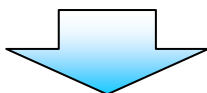
得られた固化成形体は、圧延温度によらず素材相対密度 99.6%以上を示し、光学顕微鏡観察ではポイドなどは認められなかった。SCM435 鋼、Ti6Al4V 合金においては固化成形体の引張強さは圧延温度と共に上昇し、素材を上回った。

【文献】太田口稔、坂井義和、鰐川周治、津崎兼彰、長井寿：温間シ - ス圧延による MM 鉄粉末の高強度丸棒固化成形体の作製、第 4 回超鉄鋼ワークショップ概要集 (2000), 20-21.

(5) 変形・破壊の金属組織モデリング

ミクロ組織を変化させた場合の機械的性質の変化

不純物を含んだ超微細鋼を自動車鋼板として使用することを目標とし、自動車用鋼に必要な高速変形挙動について明らかにすることを目的とした。



研究手法：

化学組成の同じ SM490 相当鋼(0.15C-0.4Si-1.5Mn)よりフェライト粒径の異なる 3 種類のフェライト-パーライト鋼(3.6, 9.8, 46.2 μm)を作製し、温度を変えてひずみ速度 10^3 s^{-1} における高速引張試験を行った。

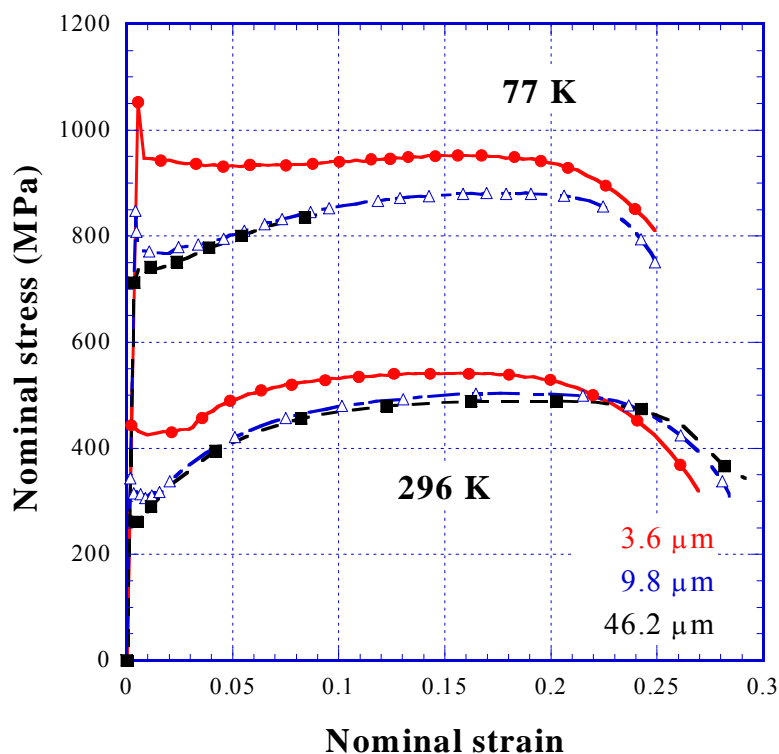


図 3 種類のフェライト-パーライト鋼の 77, 296 K における応力-ひずみ曲線

高速引張試験結果を整理し、以下のことが明らかとなった。

- ・微細化により強度は増大し、伸びはほとんど変化しなかった。
- ・高速試験での変形応力も、ホール・ペッチの関係で整理することができた。

【文献】N. Tsuchida, Y. Tomota and K. Nagai: High-Speed Deformation for an Ultrafine-Grained Ferrite-Pearlite Steel, ISIJ International, 42(2002), 1594-1596.

(6) 新加工プロセスによる微細組織、集合組織の制御技術 - 1

背景

加工方式を変化させた場合の加工組織変化
集合組織とひずみの種類の相関性 超微細化に有効な集合組織・ひずみ導入法の決定



目的

せん断ひずみを導入した場合の集合組織の変化を検討する。

研究手法

- 1) せん断付与圧延機 (Shear Added-Rolling Simulator) を導入。板材に対して、圧縮ひずみと同時にせん断ひずみを導入し、せん断付与圧延を行い、試料組織に及ぼすせん断歪の効果を調査する。
- 2) 溝ロール圧延で作製した Fe-C、Fe-C-P 超微細組織の EBSD 解析を行う。



せん断付与圧延機

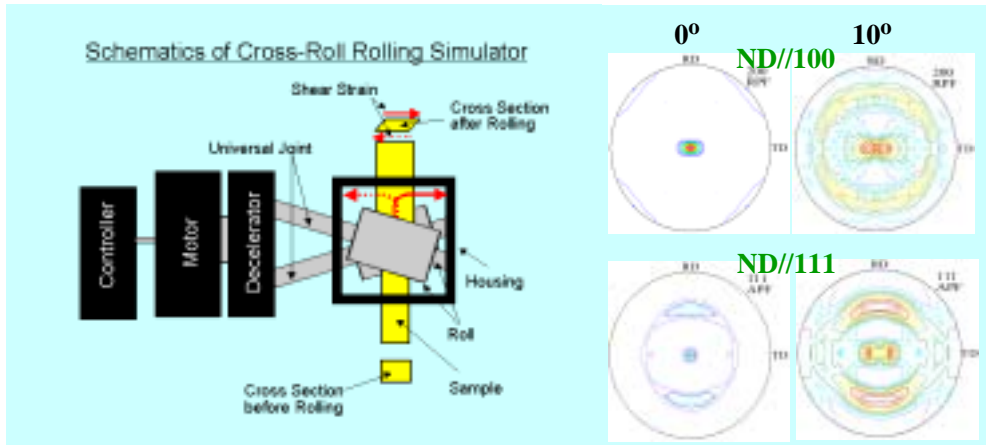
上下ロールをクロスさせることにより、板厚方向にせん断ひずみを導入できる。

クロス角度は最大10°まで可能。

Specification

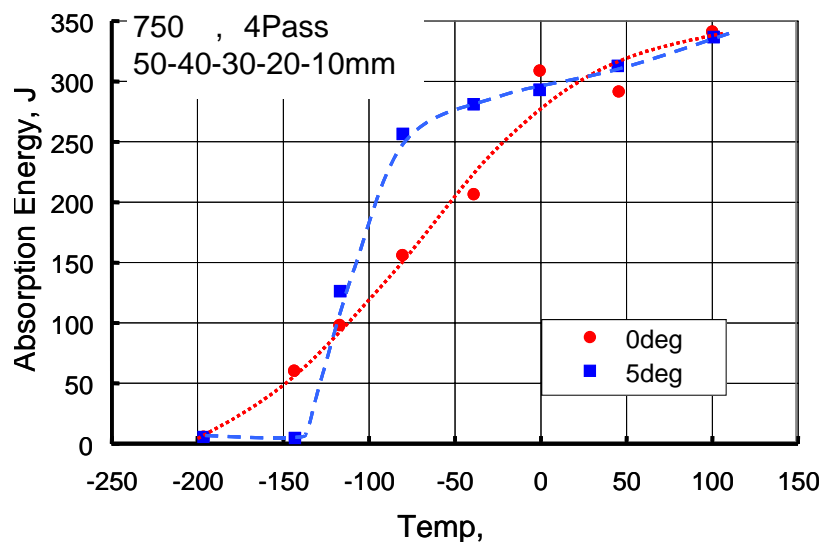
Mill type: Cross 2 high mill
Work roll: 400mm x300mm
Maximum rolling force: 300ton
Drive motor 1: DC300kW
Drive motor 2: DC150kW
Maximum rolling speed: 30m/min
Cross angle: 0 to 10°

結果



Low Carbon Steel: 0.15C-1.5Mn-0.3Si (wt.%)
Reverse Cross-Roll Rolling 750 , 4 Pass: 50-10mm

**Improvement in
Toughness and
Formability**



シャルピー試験衝撃値と温度の関係

・クロスロール圧延により、温間圧延で特徴的な{100}{111}集合組織が崩壊してランダム化し、靱性が向上することがわかった。

【文献】 T.Hanamura, T.Yamashita, O.Umezawa, S.Torizuka and K.Nagai: Effect of Diffusion of {100} Parallel to the ND Plane on the Charpy Impact Properties in Low Carbon Steel,” CAMP-ISIJ, 14(2001), 1051.

(6) 新加工プロセスによる微細組織、集合組織の制御技術 - 2

温間圧延により創製した微細粒低炭素鋼の集合組織と転位構造 及びリン添加の影響

背景

多方向温間加工方法は微細フェライト/セメントイト組織の有効な創製プロセスとして確立されている。しかし、この方法で創製した微細組織は普通のフェライト/パーライト組織より高い降伏強度を示すと同時に、高降伏比と小一様伸びの力学特性も示している。その力学特性は温間加工歪みが微細組織に大量に残留されていることを示唆する。また、微細組織を創製するためフェライト温度領域で大変形量圧延が要求され、微細組織の形成と共に集合組織の発達が不可避である。また、リン添加した低炭素鋼の場合、微細粒組織に加えて、他の組織因子の変化が材料の力学性質に影響している。



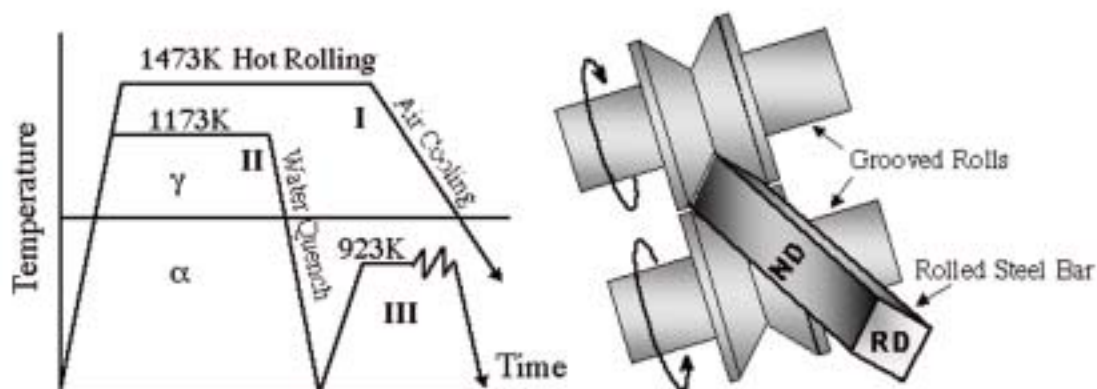
目的

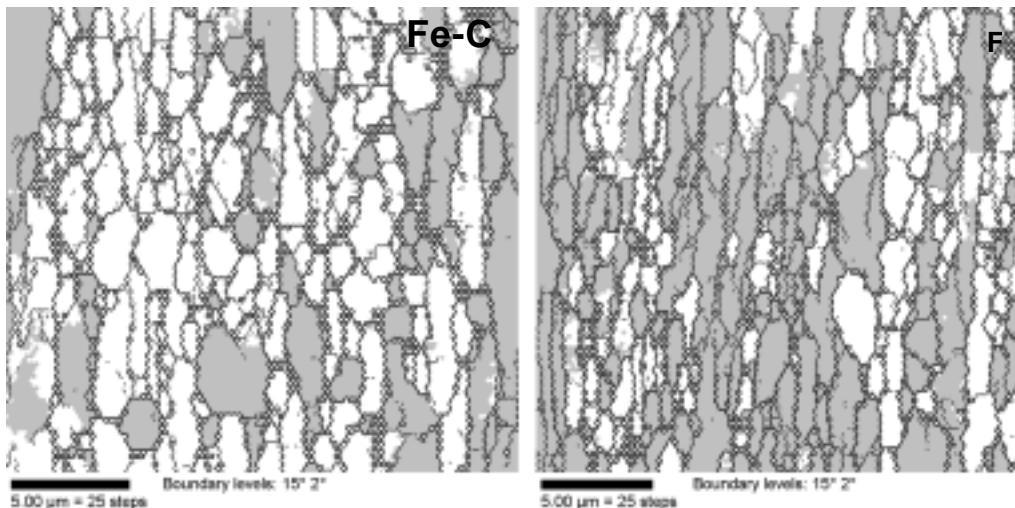
多方向温間加工によって創製した微細組織を特徴とする低炭素鋼の集合組織と転位構造を解析し、微細組織と共にこれらの組織因子の材料の力学挙動への影響を検討する。

研究手法

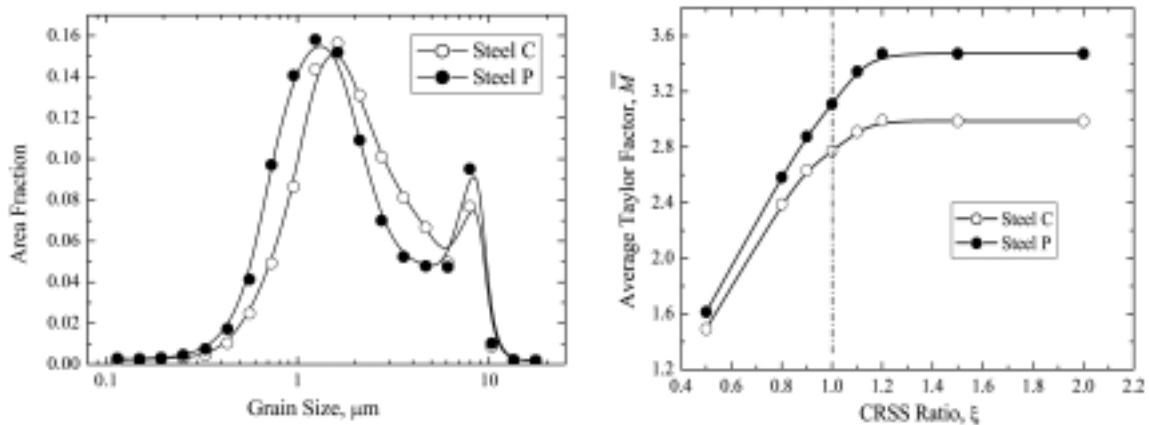
材料： 0.15C-0.3Si-1.5Mn (-0.1P) (wt.%) 低炭素鋼二種

923K 温間圧延減面率 85%、棒状試験片の断面寸法は 12×12mm

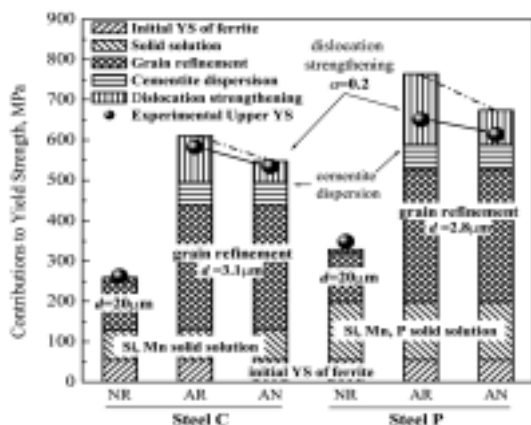




灰色は{111}は圧延面に平行する結晶粒を示す。温間圧延で得られた微細粒組織へのリン添加の影響。結晶粒寸法と集合組織の差がある。



平均フェライト結晶粒寸法はリン添加により3.1μmから2.8μmまで微細となり、また、リン添加鋼は温間圧延後より強いα-ファイバーを呈し、大きなテーラーファクター（方位による変形抵抗と対応する）を示す。



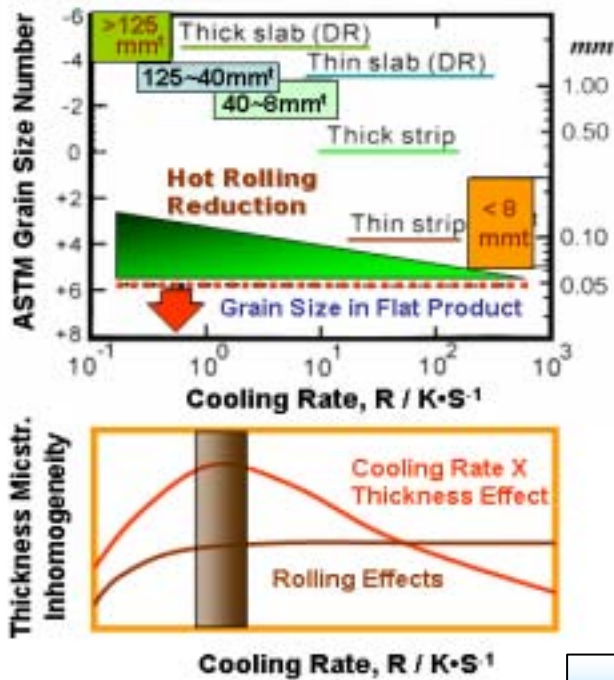
圧延で得た微細粒組織の降伏強度特性は組織の微細化と共に残留転位の影響が無視できない。また、リン添加は結晶粒の微細化効果と共に、集合組織の発達や転位の残留に大きな影響を与える。温間圧延後の723Kアニール処理は転位密度を減少させることが明らかとなった。それによって、降伏強度の降下と延性の上昇が生じる。

【文献】F. Yin, T.Hanamura, T. Inoue K.Nagai: Fiber Texture and Substructural Features in the Caliber-Rolled Low-Carbon Steels, Metallurgical and Materials Transactions A, 35A(2004), 665-677.

薄スラブ材の鑄造組織と力学性能

背景

凝固材の組織などの不均質性は圧延加工によって創製した鋼板の性能に大きく影響する可能性があり、凝固材の組織や力学性能の評価は新規加工プロセスの検討にとって重要である。

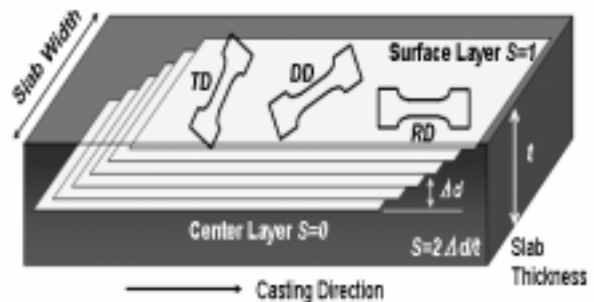


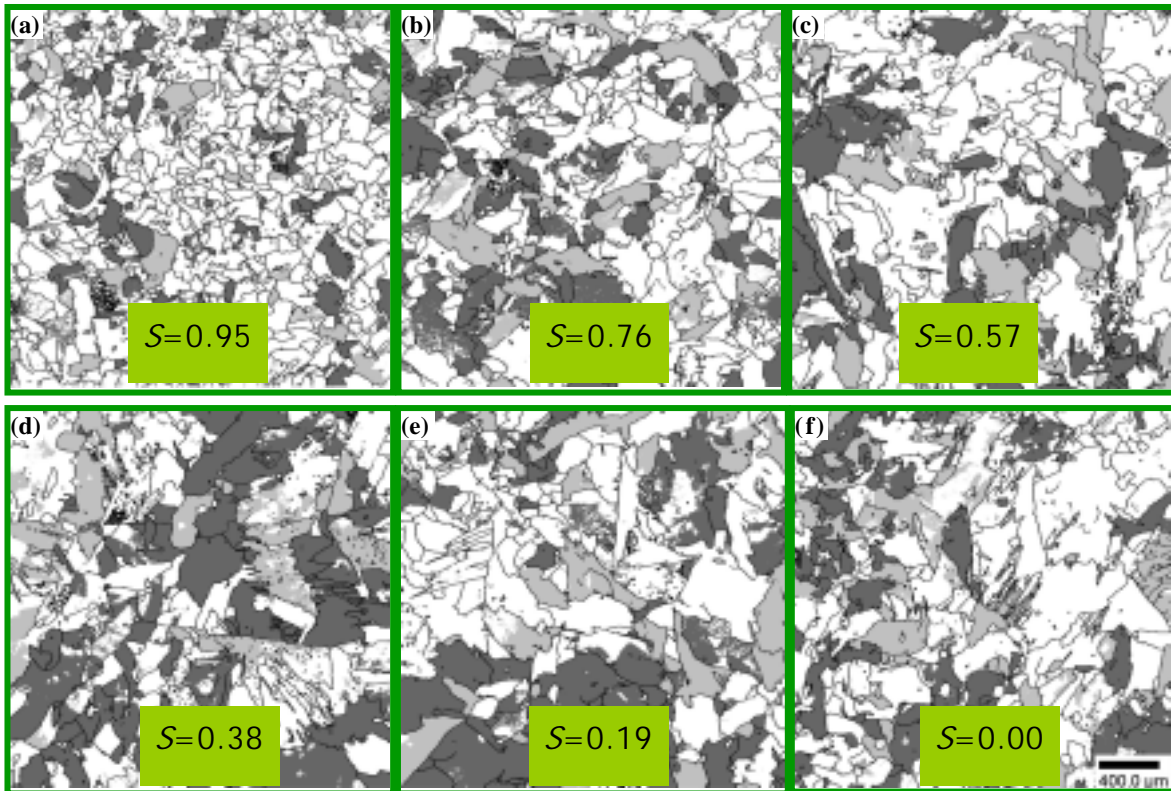
異なる厚さをもつ凝固材の表面冷却速度は大幅にかわる。凝固材組織の厚さ方向での不均質性は薄スラブ材に現れる。また、鋼板厚さまでの圧延加工量が少ないため、薄スラブ凝固材が組織や力学性能の不均質性の評価対象とした。

本研究では55mm厚薄スラブ鑄造材における組織と力学性質の厚さ方向分布を解析し、組織や力学特性における凝固プロセスの影響を検討する。

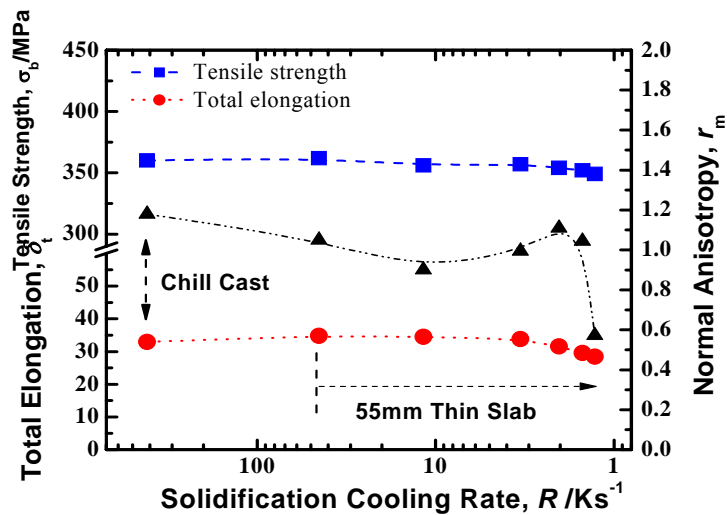
研究手法

材料： 0.04C-0.028Si-0.36Mn 低炭素鋼
凝固速度 0.1m/s、1283K まで噴霧水冷
スラブの表層から中心まで鑄造面に平行して、スライスサンプルを取りだした。





S=1 はスラブの表層位置、S=0はスラブの中心位置を示す。灰色は{111}は圧延面に平行する結晶粒を示す。アシキュラーフェライト組織が表層から中心部まで粗大化し、s=0.38の位置に強い集合組織が現れる。



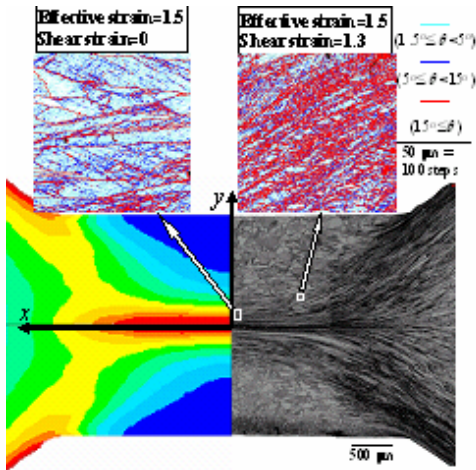
デントライト組織からスラブ厚さ位置における凝固速度を求めた。強度や延性に比べて r 値がより顕著な分布をもつことが分かった。結晶粒の大きさと共に集合組織の発達に凝固速度に敏感にかかわることが r 値の変化を制御する。

【文献】 P. Xu, F. Yin and K.Nagai: The Thickness Gradient of Microstructure and Mechanical Property in an As-cast Thin Steel Slab, Materials Transactions, 45(2004), 2456-2462

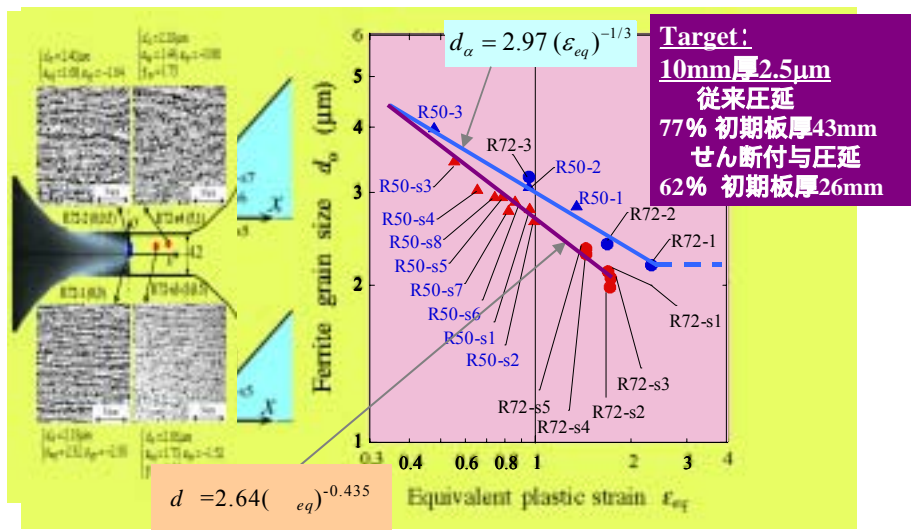
(6) 新加工プロセスによる微細組織、集合組織の制御技術 - 4

せん断付与圧延による歪み導入

鑄造断面が小さくなることは、製品寸法が同じである限りは、加工熱処理工程における“加工度”の制限が顕在化する。そこで、板厚全面に圧縮ひずみと同時にせん断ひずみを導入できるせん断付与加工を提案し、同じ圧下量であっても組織は微細となり、さらにせん断ひずみ効果は、粗大なオーステナイト粒径ほど大きいことを明らかにした。



同じ相当ひずみでも、せん断ひずみを導入したことでオーステナイト粒内に方位差角 15° 以上の変形帯を数多く生成することができた。



せん断付与圧延によって、同じ塑性歪みにおける結晶粒微細化効果が従来圧延より高くなることを明らかにし、ニアネットシェイブ鑄造との連携における有効性の可能性

【文献】J. Cho, T. Inoue, F. Yin and K. Nagai: Effect of Shear Deformation on Microstructural Evolution of Ni-30Fe Alloy during Hot Deformation, Materials Transactions, 45(2004), 2960-2965

(7) 超微細粒棒鋼の創製・機械的性質 - 1

添加元素により強化した超微細粒鋼の疲労特性

背景

りん (P) は、鋼を脆化させる元素であるため通常は不純物として扱われているが、鋼に添加した場合には固溶強化を発揮することが知られている。一方、フェライト粒径が 1 μm 以下の超微細粒鋼については靱性が優れているため、脆化というデメリットを軽減し、りんを強化元素として利用できる可能性がある。このような観点から、本研究では不純物元素りんによる超微細粒鋼の高強度化に取り組んだ。

目的

不純物元素りんにより強化した超微細粒鋼の疲労特性を明確にする。

研究手法

表 1 に示す供試材を 150kg 真空溶解により作製し、温間多パス溝ロール圧延によりフェライト粒の微細化を行った。温間加工の温度は 550 で、減面率は 95%である。

表 1 供試材の化学成分

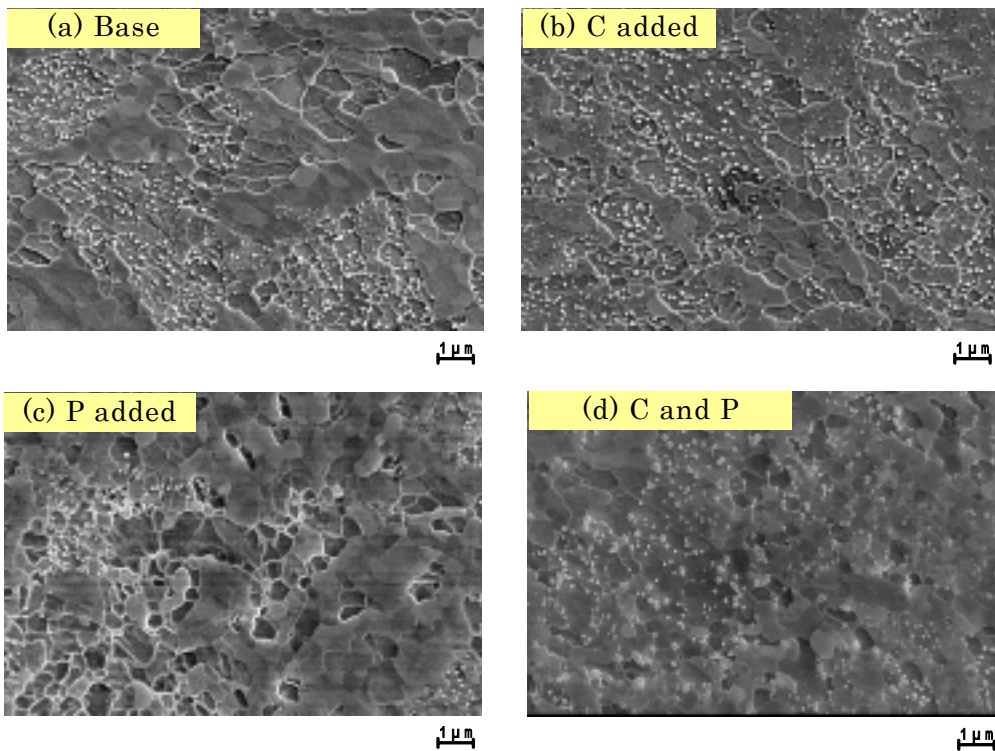
Steel	Element (mass %)				
	C	Si	Mn	P	S
Base	0.14	0.31	1.51	0.001	0.0006
C added	0.43	0.31	1.50	< 0.001	0.0009
P added	0.14	0.30	1.48	0.093	0.0007
C and P added	0.45	0.30	1.49	0.10	0.0011

研究結果

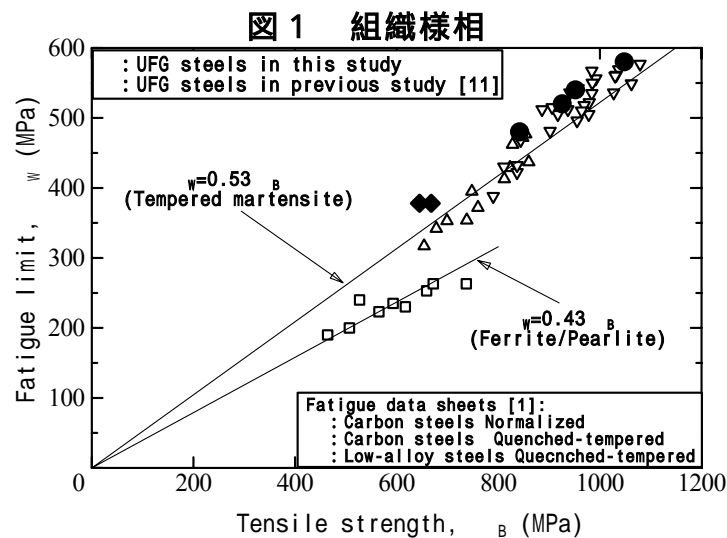
表 2 機械的性質

Steel	YS (MPa)	TS (MPa)	T. EL (%)	Vickers hardness
Base	845	842	17	286
C added	920	952	17	300
P added	926	926	13	308
C and P added	1020	1048	15	339

P (りん) と C (炭素) の添加により、引張強度は 1000MPa を超えた!



供試材の組織はフェライト (1 μm 以下) + セメントナイト!



マルテンサイト鋼のバンド上限付近となる高い疲労強度を示した!

図 2 疲労特性

不純物元素りんにより 1000MPa 超級まで高強度化した超微細粒鋼でも、高い疲労強度が得られることが確認された。

【文献】Y. Furuya, S. Matsuoka, S. Shimakura, T. Hanamura and S. Torizuka: Effects of carbon and phosphorus addition on the fatigue properties of ultrafine-grained steels, Scripta Materialia, 52(2005), 1163-1167.

(7)超微細粒棒鋼の創製・機械的性質 - 1

(7)超微細粒棒鋼の創製・機械的性質 - 2

超微細粒複相組織における不均一塑性変形のナノスケール解析手法の開発

背景

塑性変形開始点における超微細粒鋼の不均一塑性変形を、その微細組織と関係づけて、ナノスケールレベルで定量的に評価した。これまで、有効結晶粒の粒径が $1\mu\text{m}$ 以下で、なお且つ析出物粒子に覆われているような超微細粒複相組織では、組織の定量化ですら困難であった。そこで原子間力顕微鏡 (AFM) を用いて、微細複相組織と塑性変形量を同時に定量化できる解析手法を開発した。

目的

有効結晶粒 $1\mu\text{m}$ 以下で、なお且つ析出物粒子に覆われた微細複相組織の塑性変形開始点における不均一な塑性変形をナノスケールレベルで定量的に評価する。

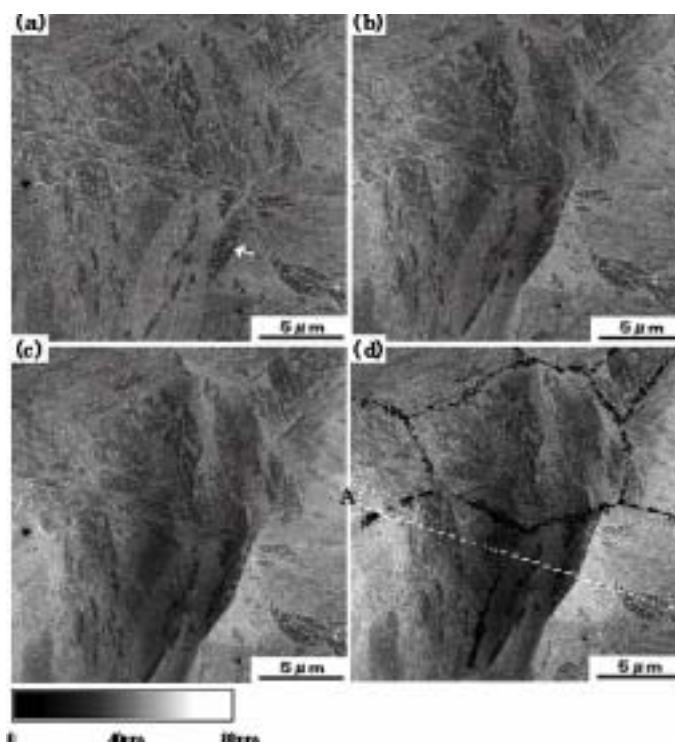
研究手法

炭素量 0.4mass% の低合金中炭素鋼焼もどしマルテンサイト JIS-SCM440 (0.4C、1Cr、0.2Mo : mass%) をモデル材として、特殊な電解研磨法により、表面高低差 50nm 以下の平滑面を作成した。原子レベルの垂直分解能を有する原子間力顕微鏡 (AFM) では、マルテンサイトブロックと炭化物粒子の微細組織を映像化できると共に、塑性変形によって導入される nm レベルの段差を測定することができる。

結果

図 1 (a)引張変形前と、(b)塑性ひずみ量 0.2%、(c)0.4%、(d)0.6%付与後の AFM 像。最大段差が形成されたブロックを(a)中に矢印で示している。図の水平方向が引張方向である。また、0.6%では 2 値化した旧 γ 粒界エッチング面を重ね合せている。

塑性ひずみが増加するに従い、コントラストが大きくなる不均一変形領域が現れる。それは旧 γ 粒界近傍の比較的大きな幅のブロックに対応している。



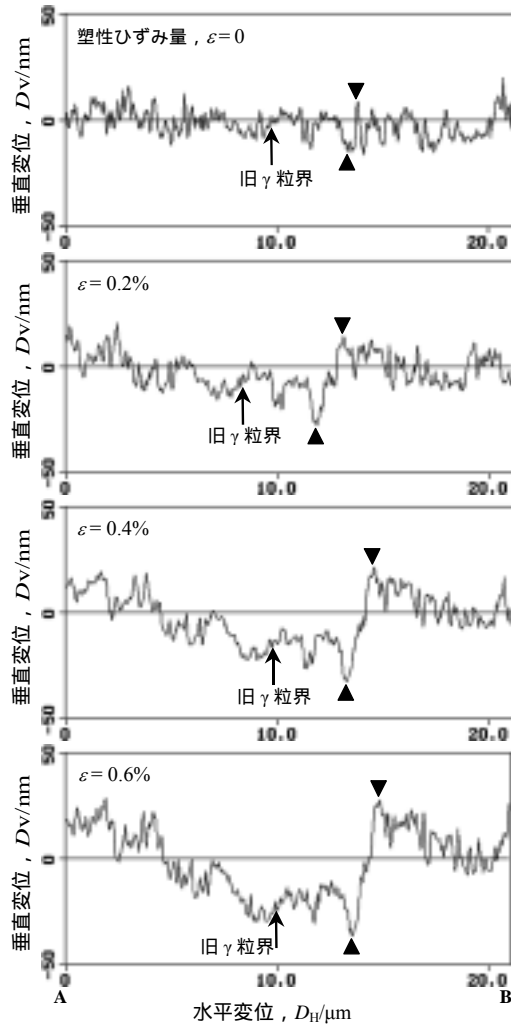


図2 変形前後の AFM 像の断面プロファイル(図1(d)中の AB 断面)、表面段差は、と の間の変形前後の差分とした。

塑性変形により導入された段差の大きさは 5-40nm (鉄原子数 20 個 160 個) で、幅広のブロック境界 (ブロック幅: 2μm) に集積する転位量と関連づけられる。

析出物粒子に覆われた 1μm 以下の有効結晶粒を有する微細複相組織の不均一塑性変形をその微細組織と関係付けて評価できる解析技術を開発した。その結果、析出物粒子密度の高い旧オーステナイト粒界近傍における平均値 0.5μm より幅広 (2μm) のマルテンサイトブロックに変形が局在化することが明らかになった。この結果は、超微細粒鋼において、粒径の平均値より大きな粗大結晶粒に塑性変形が集中することを実際に示したものである。

【文献】早川正夫、松岡三郎、古谷佳之: 原子間力顕微鏡による中炭素鋼焼もどしマルテンサイト組織の降伏点近傍における不均一塑性変形の解析、日本金属学会誌 .67(2003), 354-361.

M. Hayakawa, S. Matsuoka, Y. Furuya: Nanoscopic Measurement of Local Plastic Deformation for a Tempered Martensitic Steel by Atomic Force Microscopy, Materials Letters 57 (2003) .3037-3042.

(8) 表面欠陥検出の高性能化

背景：

材料の表面欠陥は、内部欠陥に比較してその強度に及ぼす影響が大きい。材料の表面欠陥を見落しなく検出し、評価することは、材料の安全性を確保する上で重要となる。欠陥の中でも割れは特に危険な欠陥であり、探傷による見落としがあってはならない。強度を維持する上で問題となる構造物表面の割れを、見落しなく、高精度に検出可能な探傷法の開発が望まれている。

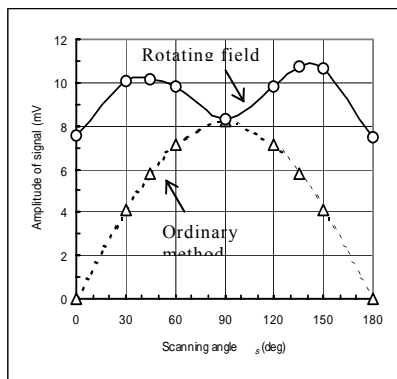
目的：

割れを見落さない
高精度な漏洩磁束探傷試験法を開発する

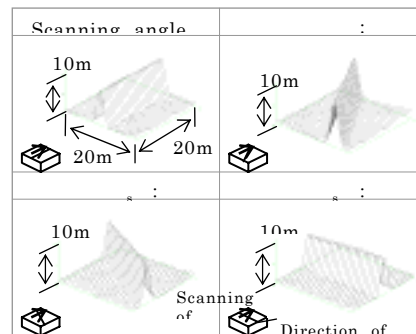
研究手法：

漏洩磁束探傷試験法は割れから生じる漏洩磁束を磁気センサで検出し、割れの存在を明らかにする試験法である。この漏洩磁束は割れ長さに対して直交方向のベクトルである。材料の磁化に回転磁界を適用することで、割れに対して常に直交方向の磁化が可能になり、最大の漏洩磁束を発生させることができる。また、2組の差動センサを十字形に配置し、その出力をベクトル合成することにより、漏洩磁束に対してどの方向からセンサを走査させても、割れに直交方向のベクトルを検出することが可能になる。これらのことから回転磁界と十字形差動センサを組み合わせることにより、強磁性材料表面の割れが見落しなく高精度に検出可能となる。

結果：



割れに対するセンサの走査方向と信号振幅（通常の方法と回転磁界との比較）



割れに対するセンサの走査方向と信号振幅の三次元表示

センサの走査方向によらず
全方向の割れが高精度に検出可能となった

【文献】1)植竹一蔵、長井寿：全方向きず検出のための回転磁界による漏洩磁束探傷試験法、非破壊検査、Vol.52、No.5、p246-253 (2003)、2)植竹一蔵、長井寿：回転磁界軌跡の形状が漏洩磁束に及ぼす影響について、非破壊検査、Vol.54、No.2、p76-83

2.6 まとめ

本プロジェクトでは、資源循環型社会を目指したリサイクル材料プロセスの中で、特に不純物有効利用・鋼創製プロセスの構築に主眼を置き、以上のように研究を各項目、段階的かつ総合的に推進してきた。

代表的な不純物としてまずりんを取り上げ、熱力学的な検討を行って、鋼中での有効活用を睨んだ研究を開始し、りん含有連铸スラブ、不純物含有ストリップ铸片を創製して1キロから数十キロの分析用素塊を作製した。この組織、析出物、機械的性質などを調べた結果、不純物りんの偏析や、不純物銅、硫黄の微細化合物化により、铸造組織あるいは析出物が微細化され、機械的性質の向上につながる事がわかり、急冷凝固・冷却が有効利用できることが示された。また、冷却速度と铸造組織の関係、りん添加の効果、あるいは不純物化合物の析出条件を明らかにすることにより、これらのメカニズムを利用する上で、の制御因子の解明を行うことができた。

上工程での铸込み厚が薄くなると下工程での加工量が制限されるため、新しい加工プロセスとしてせん断付与圧延を考案した。材料にせん断歪みを導入することにより、集合組織がランダム化し靱性が向上すること、同じ塑性歪みでも、従来の圧延よりも結晶粒微細化効果が高いことがわかり、ニアネットシェイプ铸造と連携した新しい加工プロセスの可能性が示された。この際、铸造材の性質の残留を考え、铸込み厚方向で種々の調査を行い、機械的性質はほぼ一定であるが、等方性は表面の方がよく、凝固速度の影響があることなどを把握した。

リサイクル鉄の創製対象材としては、自動車を想定して板材、棒材の創製を行ったが、それぞれストリップキャストキャスト铸造、多方向加工プロセスの適用により、不純物含有鋼で従来材に比べ強度1.5倍化を達成することができた。棒材では高疲労強度化も達成された。多方向加工による集合組織のランダム化はりん添加により大きくなることがわかった。また、溶解法のみならず、固相プロセスも視野にいれ、切削鉄鋼屑の真空封缶、孔型ロールでの温間圧延を行い、素材を上回る特性を得た。

特性評価の面では、自動車材としての使用を想定した微細粒鋼の高速変形能の調査を行い広範の変形速度で一貫性を確認した。また、微細粒の塑性変形のメカニズムを精緻に調査できる観察・解析手法を開発した。製品の表面欠陥を割れを精緻に探査するための高精度な漏洩磁束探傷試験法を開発した。

上記の上・下両工程を見通したプロセス研究を遂行するために、溶解铸造シミュレーターや、せん断付与圧延機などの大型装置の導入を行い、数10キロオーダー素塊のリサイクル鋼創製設備を整備し、各プロセスの制御因子を段階的に把握した。

以上のように、本プロジェクトは当初目標をほぼ達成し、リサイクル材からの高性能材の創製技術、創製材の評価技術における指導原理を確立し、実施に向けての提言ができるところまで展開できた。特に鉄鋼に関しては、スクラップ鉄発生・蓄積量増大が懸念され、

CO₂ 排出量などの環境負荷問題、省エネルギー、省力化の問題が大きくクローズアップされる中で、本成果を広く国内外に報告・周知することにより、資源循環型社会の実現に資する鉄鋼プロセス、鉄鋼材料技術の発展に向けての提言を行うことができたと考えている。