STX-21 ニュース

独立行政法人物質・材料研究機構　超鉄鋼研究センター

(http://www.nims.go.jp/stx-21/)

'04 年 1 月号 (通巻第 77 号)

発行 独立行政法人
物質・材料研究機構
超鉄鋼研究センター
平成 16 年 1 月 1 日発行
〒305-0047
茨城県つくば市千現 1-2-1
TEL: 029-859-2102
FAX: 029-859-2101

目　次

1.　新年のご挨拶

理事　吉原　一紘　1

2.　TOPICS　ESPI システムによる相変態の検出

溶接グループ　村松　由樹　2

3.　TOPICS　Cr_2O_3 保護皮膜の生成による耐水蒸気酸化性の向上

耐熱グループ　春山　博司　3

4.　センター便り　腐食シンポジウム開催報告

腐食シンポジウム主査　金相グループ　秋山　英二　4

1. 新年のご挨拶

理事　吉原　一紘

あけましておめでとうございます。本年もどうかよろしくお願い申し上げます。

平成 9 年 4 月に発足した超鉄鋼プロジェクトは通算で 7 回目の新年を迎え、平成 14 年 4 月からは、第 II 期計画に入っております。第 II 期からは推進母体として、物質・材料研究機構内に「超鉄鋼研究センター」を設置し、より集中的な研究が実施できる体制をとっております。第 II 期では、第 I 期で得られた「強度 2 倍、寿命 2 倍」の基礎シーズを基に、我が国の社会基盤を、環境に優しく、トータルライフコストが低く、かつ震災にも強い、持続可能な安全・安心社会へと再生するために必要な超鉄鋼総合技術として、「実用強度が 2 倍でかつ構造体寿命が 2 倍以上」の性能を総合的に具体化することにしています。そのために、「使われてこそ材料」を目指して、大型素材を創製し、接合方法の最適化の研究を進めつつ、エンドユーザーやデザイン側との連携を一層強め、研究開発の要点を絞って、構造体化する研究を推進しています。

構造材料の実用化には 10 年以上はかかると言われています。安全性を考えると、拙速な実用化は避けなくてはなりませんが、ドッグイヤーといわれているこの時代に、構造材料だけが例外で良いということにはなりません。したがって、社会に役に立ちそうな技術・知見は段階的に速やかに社会還元を進めるべきであると考え、2 つの実用化前研究課題 (超微細粒鋼製品、新溶接線材) と 2 つの調査研究 (高窒素ステンレス製品、超微細粒非鉄製品) を設定しました。これらの技術を民間へ効率的に移転するためのリエゾン機能として超鉄鋼研究センター内に「商品化研究チーム」を設置し、可及的速やかな商品化を目指しています。

構造材料に限らず、材料は、製造から廃棄に至る全ての工程が、環境を配慮したものでなくてはなりませんが、特に構造材料は使用量が多いため、環境に与える影響はたいへん大きいものがあります。超鉄鋼研究センターでは、リサイクル起因の不純物元素を積極的に活用する発想に基づき、低環境負荷、低コストプロセスを前提とした、スクラップ原料から高性能のリサイクル鉄 (強度 1.5 倍) の創製プロセスに関する基礎技術開発、指導原理の確立、および特性発現機構の解明に関する研究も併せて実施しております。

第 II 期では、産業界や学会との密接な提携が第 I 期以上に重要になっております。あらためて、関係の皆様方の暖かいご支援、ご協力をお願い申し上げます。

2. TOPICS

ESPI システムによる相変態の検出

－溶接施工中の変位分布測定－

溶接グループ　村松 由樹

まえがき

溶接残留応力に相変態が影響することはよく知られている。そこで材料が溶接途上あるいは冷却中にどのような変態挙動を示すかを把握するために、これまでレーザースペックルひずみ測定法を適用して変態検出を行ってきた。しかし同手法は高応答性ではあるが、同時には一点のみの測定しかできない。

そこで 2 次元の変位分布測定が可能な ESPI (Electronic Speckle Pattern Interferometry) システムを用いて、溶接部の冷却途上の変位分布測定から相変態挙動を検出することを試みた。

システムの概要と溶接への適用

本システムによる変位分布測定は被測定面に対称な2方向から光路差をつけて二つに分けたレーザー光を同時照射して得られる観察面上の干渉パターンが、物体の変形により変化することを利用する。物体の変形前後のパターンの光強度差の絶対値をとると、使用したレーザーの波長に応じた変位の等高線が得られる。これを**図 1** に示す。この変位を微分することにより、ひずみ分布を求めることもできる。溶接への適用に当たっては時間経過とともに上記のパターンを連続的にサンプリングし、かつ面内の直交する x,y の 2 方向の変位分布を測定するためにレーザーの照射方向をサンプリング毎に90度切り替えて測定した。実測では**図 2** に示す小型の薄板試験片 (60x120x4mm) 中央に沿って 60mm に亘って GTA で線状に加熱し、同時にその裏面にレーザーを照射した。

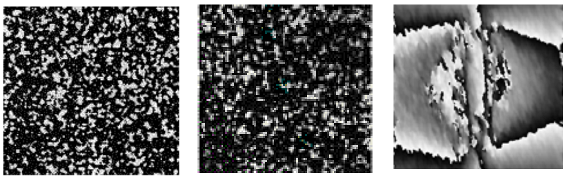
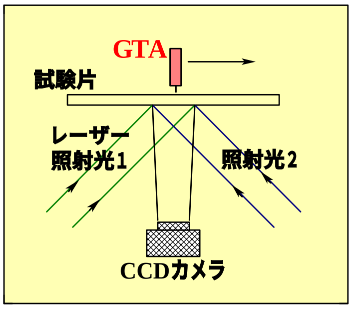


図 1　ESPI で得られたパターンと変位の等高線

**図 2
使用した試験片
加熱条件**



相変態の検出

図 3 に変態のない SUS304 と変態点が 100°C付近にある 12.5Cr-9.5Ni 鋼で得られた変位分布を比較した。いずれも各図の上に示した試験片中央の温度変化に対応した変位増分の分布である。加熱線と直角 (x) 方向の図では赤い領域ほど右側へ、青い領域ほど左側へ変位し、また加熱線 (y) 方向の図では赤い領域ほど上側へ、青い領域ほど下側へ変位したことを示している。SUS304 では冷却とともに板全体が中央に向かって収縮しているが、12.5Cr-9.5Ni 鋼では温度が 100°C以下になってから加熱線に沿って変態膨張が見られる。

今後は、各種鋼材の変態挙動をより詳しく調べ、精度の高い数値計算のためのデータ取得を行う予定である。また、装置の配置やレーザー照射方向の切り替え時間の短縮を図ることにより、相変態のみならず実溶接施工におけるひずみ分布を検出することも期待できる。

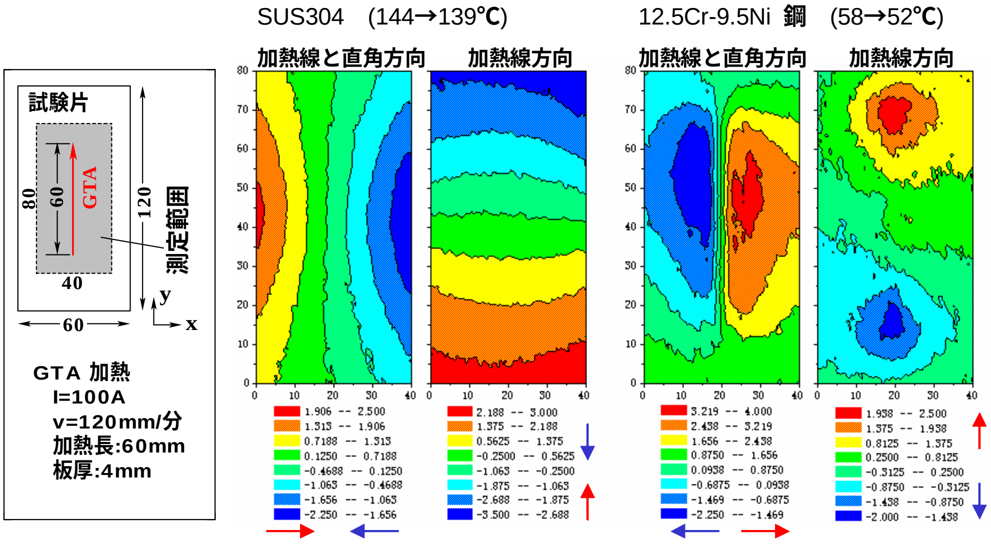


図 3　変位増分の分布図　(カラーチャートの数値の単位:mm)

3. TOPICS

Cr_2O_3 保護皮膜の生成による耐水蒸気酸化性の向上

－高 Cr フェライト系耐熱鋼の初期酸化挙動の解析－

耐熱グループ　春山　博司

背景と目的

蒸気条件 650℃、350 気圧で操業される超々臨界圧発電プラントの実現に向けた高 Cr フェライト系耐熱鋼の開発では、高温長時間における高強度化とともに耐水蒸気酸化性の向上が重要な課題である。現状では、650℃での水蒸気酸化を克服したフェライト鋼は開発されていない。これまで、9%Cr 鋼でも 3%の Pd を添加し、表面加工ひずみ層を付与すると、高温水蒸気中で Cr リッチな保護性の酸化皮膜が生成し、その結果、耐水蒸気酸化性が飛躍的に向上することを見出した。しかしながら、保護皮膜生成の詳細なメカニズムは明らかになっていない。そこで、どのように保護酸化皮膜が形成されるかを解明するために、Pd を添加した高 Cr フェライト鋼の短時間の水蒸気酸化試験を行ない、初期の酸化挙動について検討した。

初期酸化挙動

図 1 は、650℃/10h 水蒸気酸化試験後の 3%Pd 添加鋼（9Cr-3.3W-3Pd-VNb）と Pd 無添加鋼の薄膜 X 線回折結果を示す。表面はともに 320grit 研磨により仕上げ、加工ひずみを付与した。Pd 無添加鋼では、初期段階において Fe_3O_4 とともに FeO の X 線回折パターンを確認した。さらに短時間の 10min 試験後においても、Fe_3O_4 及び FeO が検出された。したがって、Pd 無添加鋼では、初期に Cr リッチな保護皮膜が生成しないため、Fe_3O_4 及び FeO が生成し、そのまま Fe の酸化が進行して最終的に二層スケールを形成することが分かった。

一方、3%Pd 添加鋼では Cr_2O_3 及び Fe_3O_4 の X 線回折パターンが現れ、FeO は検出されなかった。このことから Pd 添加鋼では酸化初期に Cr_2O_3 の保護皮膜が形成されることによって、O の内部への拡散が抑制され、その後の酸化がほとんど進行しなかったと考えられる。

保護皮膜の生成

図 2 は、650℃/1h 水蒸気酸化試験後の 3%Pd 添加鋼の断面 STEM 像及び Fe、Cr、O の元素マップである。試験片表面に厚さ 0.1～0.2 μm の均質な Cr リッチ保護皮膜が確認できる。この安定した保護皮膜は、水蒸気酸化のごく初期の段階で形成されることが判明した。またその生成原因は不明だが、表面近傍のフェライト母相は平均粒径 1 μm 以下の超微細組織になっている。一方、Pd 無添加鋼では保護皮膜が生成しないため、粒界に沿って O が内方へ拡散しており、1h 後には厚さ約 2 μm の内部酸化層が見られた。したがって、Pd の添加により Cr の保護皮膜が形成され、O の内方拡散を抑制したものと考えられる。

今後は、表面加工や合金元素添加など、保護被膜を形成するための条件を明確にしていく予定である。

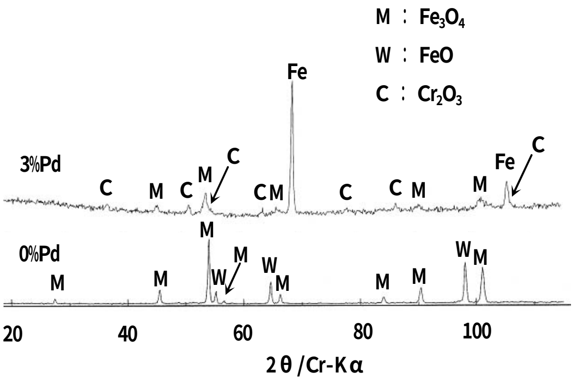


図 1　650℃/10h 水蒸気酸化試験後の 3%Pd 添加鋼及び Pd 無添加鋼の薄膜 X 線回折結果を示す。Pd 無添加鋼では FeO 及び Fe_3O_4 が確認され、酸化が進行したが、Pd 添加鋼では Cr_2O_3 及び Fe_3O_4 が確認され、ほとんど酸化は進行しなかった。

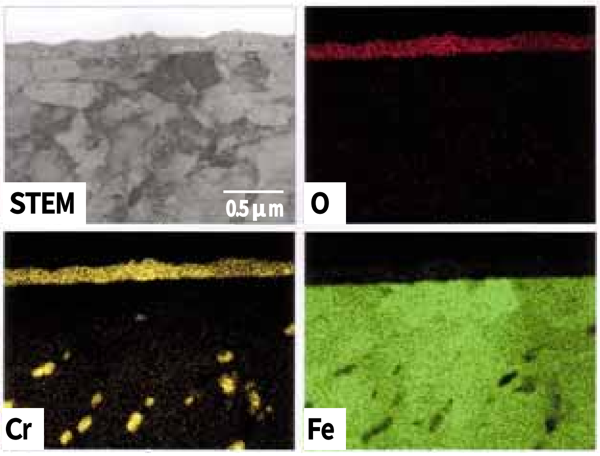


図2　650℃/1h 水蒸気酸化試験後の 3%Pd 添加鋼の断面 STEM 像及び Fe、Cr、O の元素マップを示す。初期における試験片表面への Cr リッチ保護皮膜の生成により、その後の水蒸気酸化を著しく抑制した。

4. センター便り

腐食シンポジウム開催報告

“Symposium on Recent Trends in Corrosion Research”と題する腐食シンポジウムが、11 月 25 日(火)に物質・材料研究機構内第一会議室において開催されました。

金属材料が使われる環境は多様化しつつあり、それぞれの環境中における材料の腐食による劣化を抑制するためには腐食の機構を明らかにする新しい手法が求められています。また世界の中でも特にアジアでの経済発展に伴う金属材料の使用量が今後ますます増加する中、腐食研究の重要性が見直されつつあります。その様な背景の中、欧州、アジア、そして日本国内における腐食研究の潮流を知ることを目的として本シンポジウムは開催されました。

当日、天気にはあまり恵まれませんでしたが、日本をはじめ、ドイツ、中国、インド、フィリピンの 5 カ国、約 70 名の方々に参加していただきました。

本シンポジウムでは、ドイツ Max-Planck- Institut für Eisenforschung の Stratmann 教授、中国科学院金属研究所の Han 教授、インドの Anna University の Murugesan 教授の他、東京工業大学の水流教授、大阪大学の藤本教授の各国を代表する腐食研究者をお招きし講演していただきました。加えて、物質・材料研究機構から片田博士、升田博士、九津見博士および篠原博士の所内の研究のアクティビティーを示す講演を加えて、合計 9 件の講演が行われました。

講演内容は次の様な多岐の内容に渡り、活発な討論がなされました。

- ケルビンプローブを用いた亜鉛めっき鋼板のポリマー塗装の剥離の解析と剥離抑制のコンセプト
- 鋼への水素侵入に及ぼす錆層の影響
- Fe-Cr 合金上の不働態皮膜の半導体的性質に及ぼす添加元素の効果
- XPS を用いたステンレス鋼上の不働態皮膜の解析
- 高強度アルミニウム合金の大気腐食に及ぼす酸性雨の影響
- 高窒素ステンレス鋼の開発と応用
- ケルビンフォース顕微鏡を応用した模擬海浜環境下での腐食進行の観察
- フェライト系耐熱鋼の耐水蒸気酸化性の改善
- ACM センサーを用いた大気腐食の評価と大気腐食環境中での動電位分極曲線測定の新規な手法。

本シンポジウムが、諸国での腐食研究のアクティビティーの一端に触れるきっかけとなるもので、また、研究者間の交流の場となったことを願っております。

なお、本シンポジウムは CBMM アジア株式会社の賛助を頂き開催されました。心より厚くお礼申し上げます。また、講演いただきました方々、シンポジウムを開催するにあたってご協力頂きました方々に感謝いたします。

(腐食シンポジウム主査　金相グループ　秋山 英二)

シンポジウム終了後の懇親会にて

11 月、12 月の出来事		今後の予定	
H15.11.25	腐食シンポジウム　(NIMS)	H16.3.11	日中自動車材料ワークショップ (NIMS)
H15.12.11	超鉄鋼で築く 21 世紀シンポジウム (九州大学国際ホール)	H16.3.16-17	MPA-NIMS Workshop (NIMS)