

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/>)

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17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

05年1月号 (通巻第89号)

目次

- | | | |
|--------------------------------------|--------------|---|
| 1. 新年のご挨拶 | 理事 吉原 一紘 | 1 |
| 2. TOPICS 高Crフェライト系耐熱鋼中のBN系介在物の析出挙動 | 耐熱グループ 櫻谷 和之 | 2 |
| 3. TOPICS ナノサイズ2相粒子における表面・界面エネルギーの測定 | 金相グループ 村山 光宏 | 3 |
| 4. センター便り 環太平洋先端材料国際会議(PRICM5)参加報告 | 金相グループ 足立 吉隆 | 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
よろしく願い申し上げます。

平成9年に発足した超鉄鋼プロジェクトは、関係
各位のご協力により順調に進行し、平成14年度か
ら研究計画は第 期に入り、「超鉄鋼研究センタ
ー」を中心として、研究活動を実施しております。
第 期では、第 期の超鉄鋼材料研究で得られ
た「強度2倍、寿命2倍」の基礎シーズを基に、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
具体化することを目的としています。このファク
ター4の超鉄鋼材料の適用先を「高効率火力発電
プラント」および「都市再生インフラ」とし、構造物
のイメージを明確化し、超鉄鋼の厚板化、大型化
を推進するとともに、さらに溶接による構造体化を
にらんで構造体としての必要特性を満たすべく成
分系の最適化を図ってきました。その結果、微細
粒鋼の大型化を図ると共に、耐候性組成での大
型化の検討に着手いたしました。また、溶接過程
変形モニタリング技術としてESPIレーザースペク
ルシステムを開発しました。さらに、1800MPa級超
高力ボルト鋼の成形性改善を行い、M22ボルトの
成形に目処をつけるとともに、ナノ析出物設計に
よってクリープ高強度化を達成するなどの成果を
挙げることができました。

構造材料は広く市
場に使われなくてはな
りません。したがって、
超鉄鋼材料の研究成
果の普及をより一層促
進させるために、物質・
材料研究機構では、
新たに「材料研究プラ
ットフォーム」という研
究制度を設けることを



企画しています。このプラットフォームでは、様々
な分野の企業に、実際に機構内に研究活動拠
点を設置していただき、超鉄鋼材料の成果のよ
り一層の応用展開を図るための研究活動に、機
構の研究者と共に、参加していただくことを
目指しております。新しい構造材料が広く市
場に普及するまでにはかなりの時間がかかり
ますが、我々は、企業の方々との共同研究を
より一層推進することにより、できる限り速
やかに実用化を図ることを計画して
おります。

第 期では、産業界や学会との密接な提携が
第 期以上に重要になっております。我々は、
このプラットフォームを足場にして、より一
層、超鉄鋼材料研究を推進させることを計
画しております。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

高Crフェライト系耐熱鋼中のBN系介在物の析出挙動

- 大きなBN系介在物の生成を熱処理によって制御する試み -
- 耐熱グループ 櫻谷 和之



背景と目的

現在、CO₂排ガス規制の問題から高効率化が求められ、より高温・高圧下で長時間運転可能な超々臨界圧(USC)発電プラント用耐熱鋼の開発が緊急の課題となっている。USC用の材料として、高温特性を向上するとされているホウ素(B)を含む高Cr耐熱鋼が注目されているが、Bの挙動に関してはいまだ不明な点が多い。

これまでに、Bの挙動を解明する研究の一環として効率的に窒化ホウ素(BN)系介在物の分布を観察する新たな手法、及びBNが生成するBとNの濃度条件について明らかにした(STX-21ニュース第73号)。その後、この手法を用い高Crフェライト系耐熱鋼中のBNの分布を詳細に調べたところ、生成するBNは熱処理条件によってかなり異なることがわかった。

熱処理条件と熱処理後の固溶B濃度

NIMSで開発中の材料の一つであるM4(低C-9Cr-3Co-1.8W-VNb-0.05N-0.007B)について、図1に示すようなM4AからM4Eまでの5種類の異なる熱処理を行った。熱処理後の試料のsol.B(固溶B)とtotal Bの化学分析の結果よりinsol.B(非固溶B)を算出した結果を図1に示した。

1250℃で30分保持後水冷する熱処理(M4E)では、試料中のBはほとんど固溶して、BN系介在物は消滅する。一方、BNが固溶消滅した状態から、焼

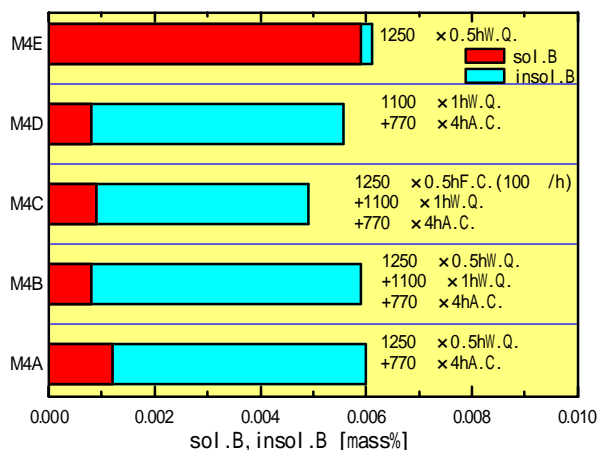


図1 耐熱鋼試料M4材の熱処理法のちがいによる固溶Bと非固溶Bの関係を示す。M4E(1250℃で30分保持後水冷)では、Bはほとんど固溶するが、焼ならし、焼もどしの過程で、Bの80%以上が介在物を形成している。

もどしのみ(M4A)、焼ならしと焼もどし(M4B)、100℃/hで徐冷後焼ならしと焼もどし(M4C)及び受入れ材を焼ならし焼もどし(M4D)では、どの熱処理でもtotal B中の80%以上がinsol.Bとなり、BN系介在物を生成していた。(この場合は、M4材の成分と熱処理温度域から推定するとすべてBNと考えられる。)

熱処理条件と析出するBN系介在物

図2は熱処理後の試料破断面をSEM観察した結果である。いったんBNを固溶させた状態から、焼ならし/焼もどしを行う熱処理では、非常に小さいBN(M4A)が析出する。またM4BではBNをSEM観察では確認できなかったが、図1でBNの存在は確実なので、SEMでは観察できない程度の大きさのBNが析出していると考えられる。

一方、徐冷(M4C)を行うと、この過程でBNは非常に大きく成長する。そこで、徐冷過程の各温度で試料を取り出すと、1150℃以下の温度では大きなBNが観察されることから、大きな粒径へのBNの成長は1150℃付近の温度で開始することがわかった。

このように熱処理によってBNの大きさや分布を制御できることを利用して、今後は添加したBの全てが粗大なBNを生成せず、耐熱鋼の高温特性に最大限有効に働くような理想的な熱処理プロセスの研究を進めていく。

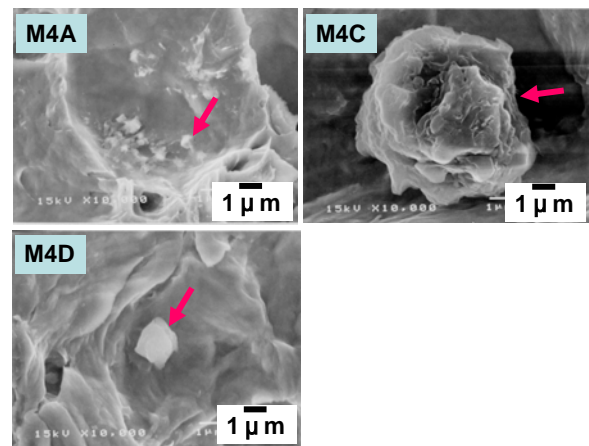


図2 熱処理のちがいによるBN系介在物の生成挙動を示す。水冷後焼もどしのみM4Aでは0.5 μm以下のBNしか観察されないが、受入れ材を焼ならし焼もどしのM4Dでは、2~3 μm程度の、徐冷のM4Cでは10 μm以上の大きさにまで成長している。

3. TOPICS

ナノサイズ2相粒子における表面・界面エネルギーの測定

- 高分解能電子顕微鏡を用いた直接評価の試み -

金相グループ 村山 光宏



ナノ粒子における界面エネルギーの評価

相境界や結晶粒界などでは余分なエネルギー(界面エネルギー σ)が存在し、これが析出や偏析を生じる要因となる。我々は、ナノ2相粒子の粒界三重点における界面および表面エネルギーを直接評価することに成功し、界面エネルギーと表面エネルギーのバランスが固相間の相分率によって変化することを示した。[文献]

等方的な系において、三重点または3相境界での熱力学的平衡状態は二面角 θ と σ により次式で表される:

$$\frac{\sigma_{\alpha\beta}}{\sin \theta_\nu} = \frac{\sigma_{\alpha\nu}}{\sin \theta_\beta} = \frac{\sigma_{\beta\nu}}{\sin \theta_\alpha} \quad (1)$$

一方、組成の異なる2相間と気相での3相境界のように異方性を持つ系で、3つの界面のうち1つまたは2つが低エネルギー界面である時には、二面角がある程度のばらつきを示すことが知られており、例えば結晶粒界におけるばらつきの要因に関しては現在も検討が行われている。

2相合金ナノ粒子における二面角の測定

測定にはアモルファスカーボン膜上に堆積した後520℃で熱処理し平衡化したCu-Ag合金粒子を用いた。EDSによる組成分析を行ったところ α 相(Ag rich)には520℃での固溶量に相当する3.8at.%Cuが含まれており、表面偏析は生じていなかった。すなわち粒子は520℃での平衡状態を保持したまま急冷されたと考えられる。図1は、このような2相粒子のうち直径60nm程度のものについて二面角を測定した例である。この粒子では{111}面で構成された相境界が紙面にほぼ垂直に見られ、Ag相-Cu相-気相からなる3重点が粒子の両端で観察できる。ほとんどの粒子では、2相は部分整合な{111}面を相境界とするcube-on-cubeの方位関係を持っていた。このような粒子12個を測定した結果から、{111}界面エネルギーに対する表面エネルギーの比は α 相では2.1、 β 相では3.5となった。

図2に実験から求めた α 相と β 相の表面エネルギーおよび界面エネルギー比を基に計算した、 α 相分率の変化に対応した平衡粒子形状変化を示す。(c)は α 相分率が0.44と図1に示した粒子と近い値であり、3相境界の形状を比較的良好に再現している。(d)には α 相分率の変化に対応した二面角の変化を示す。 θ_β の絶対値が実験値より高く見積られているが、計算結果は実験値の傾向を忠実に再現しており計算の妥当性が検証された。

本研究から求められたAgとCuの表面エネルギー比は0.61であった。これは純銀と純銅の平均的な表

面エネルギー値1250、1850mJ/m²から求めた比率0.68とよく一致している。同様に、実験で求めたCuの表面/界面エネルギー比から、Cuの界面エネルギーは537mJ/m²となるが、これはfccにおける部分整合界面エネルギーとして妥当な値である。

本研究ではナノ粒子の低エネルギー界面を含む3相境界において、固相の相分率が二面角のばらつきと相関を持つことを実験的に明らかにした。また、本手法は特に個々の相の体積が小さく、局所平衡状態が比較的得られやすいナノ粒子やナノ組織を持つ材料にはそのまま応用できる。界面エネルギーを精密に測定できれば、計算機シミュレーションの正確さを増すことや組織形成機構または界面における種々の現象についての定量的な理解を深めることが可能である。

[文献] J. M. Howe, A. E. Mebed, K. Chatterjee, P. Li, M. Murayama and William C. Johnson, Acta Mater., 51, (2003) 1359.

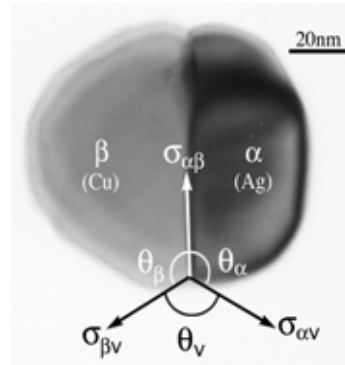


図1 直径60nmの2相粒子を用いた二面角測定例

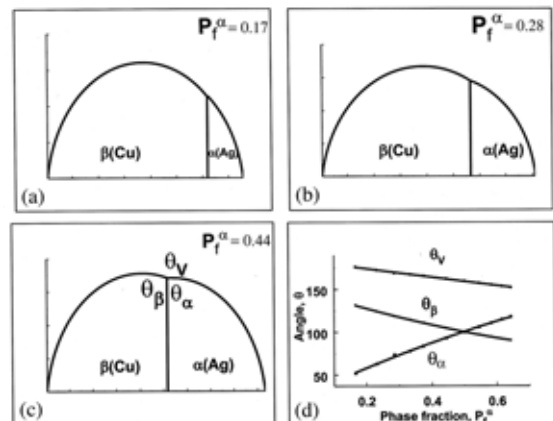


図2 (a)-(c) 異なる α 相の相分率に基づき計算から予測した平衡粒子形状 (d) α 相分率の変化に対応した二面角の変化(計算値)。

4. センター便り

環太平洋先端材料国際会議(PRICM5)参加報告

黄砂で曇る北京市内において、環太平洋先端材料国際会議(PRICM5)が2004年11月2-5日に開催されました。会場となったBeijing International Convention Centre(写真)には概数1000人、25カ国の参加者が集い、今回の主催学会であるThe Chinese Society for Metalsを代表して名誉チェアマンProf. Changxu SHI、チェアマンProf. Yuqing WENGからの開催の挨拶をもって会議が始まりました。はじめに、基調講演として、Prof. Ke LU (Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences)、Prof. Hiroyasu SAKA (Nagoya University)、Prof. Dong Nyung LEE (Seoul National University)、Dr. C.T. LIU (Oak Ridge National Laboratory)から、それぞれナノ粒径材料の機械的特性、収束イオンビーム加工と透過型電子顕微鏡のコンビネーションの材料科学へのインパクト、薄膜材料の集合組織形成過程、金属間化合物・金属の最先端と題した講演がなされました。

セッションは多岐に渡り、18セッションが並行して実施されました。その中で、聴講した先端鉄鋼、ナノ解析、腐食分野で、以下の講演が注目されました。

【先端鉄鋼】Prof. Zuqing SUN (USTB) 動的変態で生じるフェライトの生成速度をJMAの式の定数を決定して定式化した。動的変態により変態集合組織が強くなり、真歪2以上の加工が続くと加工集合組織が強くなっていることを示した。Prof. Y.M.KIM (Pohang University of Science and Technology) 低降伏比材料開発の基礎データとして、Swift式 ($\sigma = b(a + \epsilon)^N$)中のb及びNを日本鉄鋼協会共同研究会データを用いて各組織に対して求め、実験により得た降伏比との対応関係を調べた。降伏比と $\ln(b/N^2)$ の間に良好な正関係が得られ、指針になることを示した。日本鉄鋼協会共同研究会のデータベースが国際的に活用されていた。

【ナノ解析】 Prof. TAKAYANAGI (Tokyo Institute of

Technology) 透過電子顕微鏡内その場引張によって、数原子層の金ナノワイヤーが形成される過程を明らかにした。また、原子層数と抵抗値との関係を測定し、ナノワイヤーの特性を定量的に評価することに成功した。キーになる実験技術は、電子顕微鏡内を超高真空状態に保つことで、炭素などの汚染を低減することである。

【腐食】Prof. En-Hau HAN (IMR) 大気腐食に対するNano-Pasteの効果に関する発表があった。日本国内でも類似の発表、実用化が認められるが、今後の動向が注目される。ナノ粒子を多量に分散してもペーストを低粘度に保つ溶剤を開発している。

1000名超におよぶ講演を企画されたオーガナイザーの方々、国際委員各位のご努力に心から敬意を表したいと思いました。ただ、セッションが少々拡散しており、各会場で専門家が少ない中での講演であったことは今後改善を要するよう感じました。途中カンファレンスツアーで、万里の長城(写真)を訪れた際のバスの中で、数少ない欧米からの参加者の一人から、中国での開催であるにもかかわらず、“このバスは日本人専用か？私も乗っていいのか？”というバスガイドへの質問には苦笑いでした。100名を超える日本からの参加者に内心驚かされていたのかもしれませんが、北京の空が曇っていたのは黄砂の影響もありますが、急激に都市開発が進められている工事や、自転車に遠慮することなく道路を埋め尽くす車からの排煙の影響も少なくないように感じられました。次回PRICM6は韓国で2007年に開催予定です。

(金相グループ 足立 吉隆)



受賞報告

片田 康行 (耐食グループ)は、「高窒素ステンレス鋼の開発とその展開」に対して、平成16年11月6日、社団法人日本機械学会より機械材料・材料加工部門 部門一般表彰(新技術開発部門)を戴きました。

目黒 奨 (溶接グループ)は、「ESPIシステムの溶接への適用」に対して、平成16年11月15日、社団法人溶接学会より溶接構造シンポジウム2004シンポジウム奨励賞を戴きました。

12月の出来事		今後の予定	
H16.12.23-24	第15回日本MRS学術シンポジウム (日本大学 駿河台校舎)	H17.1.27	「環境調和型超微細粒鋼創製基盤技術の開発プロジェクト」第2回シンポジウム (東京電機大学 神田キャンパス)