STX-21 = 1-Z



物質・材料研究機構 超鉄鋼研究センター

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

02 年 9 月号 (通巻第 61 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 14 年 9 月 1 日発行 〒305-0047 茨城県つくば市千現 1-2-1

次城県つくは市十規 1-2 TEL: 0298-59-2102 FAX: 0298-59-2101

1

2

3

4

目 次

- 1. The present state and development of steel research
 - Dr. Giuliano Buzzichelli, Centro Sviluppo Materiali S.p.A., Italy
- 2. TOPICS 焼戻しマルテンサイト鋼のナノ-メゾ-マクロ多階層強度解析
 - 材料基盤情報ステーション 蛭川 寿、松岡 三郎
- 3. TOPICS Thermal Spray Coatings for Steam Oxidation Resistance
 - 材料研究所 溶射工学グループ T.Sundararajan、黒田聖治
- 4. センター便り 超鉄鋼研究センター「商品化研究室」
 - 商品化研究室長 片田 康行

1. The present state and development of steel research

Dr. Giuliano Buzzichelli, Centro Sviluppo Materiali S.p.A., Italy

I want first to send my warmest greetings to all of you on behalf of my Company, CSM, and to express my pleasure for being here and participating in this important ICASS event.

In this moment, as the political integration of the European Union is accelerating, big rearrangements are taking place in the various steel companies to maintain the competitiveness and to control the market evolutions in a better way. Nevertheless, despite the significant reductions and rationalization operations, steel research is perfectly alive. The European governments have made a decision to continue with the successful experience of ECSC sponsored research, with a new treaty from July 2002.

However, it is now time to make a serious attempt to introduce the drastic improvements in steel products as a leverage for new markets, hopefully in conjunction with the parallel efforts by design engineers, fabricators and end users.

In this sense the overall targets of R&TD in Europe and in Japan are perfectly matched, even if the western countries seem to be slightly behind Japan in the development of new steels.

On the other hand such a big economic effort, undertaken by a single State Member would not be conceivable at the present time. Therefore, the launching of a proper action will probably have to wait till the start of the next 6th Framework Program, possibly towards the end of this year. In the

meantime, research aimed at the consistent improvements of structural steels are being conducted in various Laboratories, Centres, and Universities, and a first project on "ultrasteel" began recently with financial aid from ECSC.



Hence, steel is showing a renewed life and is difficult to substitute by other materials. Furthermore, many aspects are related to the innovative fabrication technologies. It could also be defined as a "high tech" material, not a "mature" one. As was certain in the past, steel will again be the future!

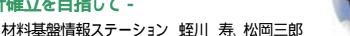
It is now clear that a further effort is requested to us, the metallurgists and alloy designer's community, to render the new performance steel to become more and more eco-compatible and recyclable to sustain the growth of our society. This is the real challenge for all of us in the future, and many resources must be concentrated in this direction.

Therefore, with a reciprocal encouragement for good work, please accept the very best wishes from your Western colleague and 'see you in China for the next ICASS conference, that –I hope – will certainly be as interesting and of a quality as high as this one'.

'02 年 9 月号 No.61 1

2. TOPICS

焼戻しマルテンサイト鋼のナノ - メゾ - マクロ多階層強度解析 - 超鉄鋼の創製指針確立を目指して -





背景

多階層チームでは AFM によるナノ組織解析及び超微小硬さ試験機によるナノ力学特性評価を進めている。最近では、これらを基に引張強度や疲労強度と組織パラメータを結びつけ、ナノ・メゾ・マクロ多階層情報を集積することを開始した。

ナノ・メゾ・マクロ多階層強度解析

図1に、SCM440鋼の電解研磨面のAFM像を示す。 白黒の帯で判別できるマルテンサイトブロックおよび 白点のセメンタイトが明瞭に観察できた。

このように、<u>電解研磨面を AFM で観察することにより、従来 SEM や TEM では判別が難しかったブロック</u>や炭化物が簡便に観察できるようになった。

図 1 のような AFM 像から組織パラメータとして、平均ブロック幅 Wblo、セメンタイトの粒子間距離 と粒子密度 が得られる。

図 2 に、超微小硬さ試験機 (押し込み荷重 10nN ~ 10mN)、微小硬さ試験機 (1mN ~ 0.2N) 及びビッカース硬さ試験機 (0.196N ~ 490N) を用いて得た、ナノ-メゾ-マクロ多階層領域に亘る硬さの圧痕サイズ依存性を SCM440 鋼を例にして示す。超微小硬さ試験による硬さの圧痕サイズは 1 μ m 以下、微小硬さ試験では 1 μ m ~ 10 μ m、ビッカース硬さ試験では 10 μ m 以上の領域に存在する。今までの結果によると、焼戻しマルテンサイト鋼の強度にはブロックによる細粒強化が重要な役割を果たすこと、1 μ m 微細フェライト鋼においては、圧痕サイズがフェライト粒径の 10 倍で、マクロ強度に対応する硬さに到達することが判明している。

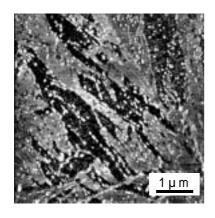


図1 SCM440 鋼の AFM 像

そこで図 2 に炭化物分散距離 とブロック幅 W_{blo} 並びに 10 と 10W_{blo} を示した。

10 と10W_{blo}を参考にすると、<u>マクロ強度に対応するビッカース硬さ Hv は鉄本来の硬さ 100、固溶と転位強化硬さ Hv^{*}_{dis}、セメンタイトの析出による析出物分散強化硬さ Hv^{*}_{pre}、ブロックの細粒強化硬さ Hv^{*}_{bou}に分割できる。</u>

他の 5 種類のマルテンサイト鋼の結果を加え、引張強度 $_{B}$ =3.27Hv、疲労限 $_{w}$ =1.6Hv の実験式を考慮すると、次式が得られる。

_B = 3.27{ 100 +
$$Hv^*_{dis}$$
 + 1.02 × 10⁻² -1
+3.67 × 10⁻⁴ -1 W_{blo} -1/2} (1)

$$_{w} = 1.6\{ 100 + Hv_{dis}^{*} + 1.02 \times 10^{-2} - 1 + 1.15(3.67 \times 10^{-4} - 1 W_{blo}^{-1/2}) \}$$
 (2)

ここで、{ }内の第1項は鉄本来の硬さ、第2項は固溶と転位強化硬さ、第3項は析出物分散強化硬さ、第4項はブロックによる細粒強化硬さである。

焼き戻しマルテンサイト鋼の強度と組織パラメータを結びつけることは難しいとされていたが、原子レベルの分解能を有する AFM 及び nm と nN の測定精度を有する超微小硬さ試験機を用いると、この点が解決できる。今後、図 1 と 2 のようなデータを集積していくと、超鉄鋼材の創製指針確立や損傷・破壊メカニズム解明に役立つと期待できる。

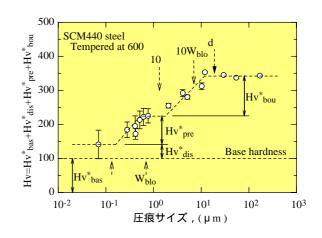


図2 硬さの圧痕サイズ依存性

3. TOPICS

Thermal Spray Coatings for Steam Oxidation Resistance

- Ni-Cr Coatings on 9Cr-1Mo steel substrate-

T.Sundararajan and S.Kuroda Thermal Spray Group, Materials Engineering Laboratory



Steam oxidation of ferritic steels

9Cr-1Mo steel (ASME T91), used in ultra supercritical boilers components suffers severely from oxidation beyond 550°C. The scale undergoes exfoliation during thermal cycling and results in the degradation in the component structures. Ni-Cr system exhibits an excellent oxidation resistance, with Cr content more than 15 wt%. High Velocity Oxy Fuel (HVOF) process is widely used to produce dense coatings with less porosity. In the present work, thermal spraying of two Ni-Cr alloys, namely, 80Ni-20Cr and 50Ni-50Cr are attempted to find out their protectiveness against the steam oxidation of 9Cr-1Mo steel substrate.

Cross-section morphology

The coated specimens (thickness~60 μ m) were steam oxidized in four different temperatures, ranging from 600-750°C. Figure 1 shows the backscattered electron (BSE) image cross sections for 80Ni-20Cr and 50Ni-50Cr steam-oxidized at 750°C/1000 hours. Both the coatings showed neither the scale growth at the coating/substrate interface nor de-lamination in the coating structure.

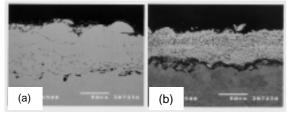


Fig. 1. BSE image cross sections for (a) 80Ni-20Cr and (b) 50Ni-50Cr coatings on 9Cr-1Mo steel steam-oxidized at 750°C/1000 hours.

Diffusion Characteristics

Fe, and Ni diffusion was found in the case of 80Ni-20Cr coatings. The diffusion increased with increase in the temperature and test duration. Figure 2 shows the EPMA compound mapping for steam-oxidized specimens at 750°C/1000 hours. The compound mapping is deduced from the elemental mapping of the individual elements. In the 80Ni-20Cr specimens, the red layer in the substrate and the cyan layer in the coating indicated the Ni and Fe diffusion, respectively. The yellow dots are responsible for the formation of chromium carbides. In 50Ni-50Cr coatings, both Fe and Ni diffusions are controlled but chromium carbide formation is found to be higher than the 80Ni-20Cr coatings.

Carbon present in the substrate materials (0.10 mass%) diffused to form chromium carbide at the coating/substrate interface. The formation of chromium carbide acts as the barrier for the Fe and Ni diffusion. In both coatings the surface of the coating is covered with thin Cr_2O_3 layer, which prevents the Fe₂O₃ and NiO scale growth.

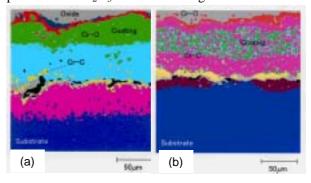


Fig.2.EPMA compound mapping for (a) 80Ni-20Cr and (b) 50Ni-50Cr coatings steam oxidized at 750°C/1000 hours

The XRD peak intensity ratio values of Fe_2O_3 (311) with respect to Ni (111) peaks are represented in Figure 3. In 80Ni-20Cr coatings, presence of Fe_2O_3 was noticed and the ratio value increased with increase in the temperature and oxidizing duration. In 50Ni-50Cr coatings, the ratio value remained similar to the as-coated condition and therefore indicates their superior protection against steam oxidation. As a conclusion, 50Ni-50Cr HVOF coatings exhibit the excellent protection against steam oxidation till 1000 hours of test duration.

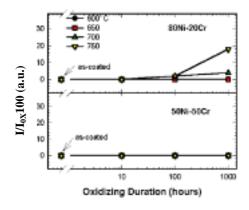


Fig.3. XRD peak intensity ratio of $Fe_2O_3(311)$ {I} and Ni(111) {I_o} for 80Ni-20Cr and 50Ni-50Cr coating on 9Cr-1Mo steel

3 STX-21 ニュース

4.センター便り

超鉄鋼研究センター「商品化研究室」

商品化研究室長 片田 康行

はじめに

平成 14 年 4 月、超鉄鋼研究センター内に耳慣れない「商品化研究室」なる新しい組織が設置された。この組織の設立目的、活動方針およびこれまでの活動状況を紹介する。

設立目的

超鉄鋼プロジェクトは、平成9年4月に開始され、5年間の第1期研究を経て、同14年4月から第2期研究が開始されている。同プロジェクトの主な目的は、超鉄鋼を利用したインフラ整備のための新しい構造物設計指針を提案することにあるが、これまでの得られているシーズ研究成果の中には最終年度を待たず速やかに社会に還元すべき特筆すべき成果も多い。そこでこれらの中からいくつかの候補を挙げ、企業との共同研究を通して、実用化・商品化のための基礎研究を推進する。

超鉄鋼商品化研究の例

(1) 超微細粒鋼製品:

軟鋼組成のままで結晶粒超微細粒化により得られる高強度鋼は、高強度化のための添加元素が不要で、リサイクル、省資源化に寄与するのみならず、高強度化のための熱処理工程(焼入、焼戻)を必要としないメリットがある。機械部品等への応用が期待される。

(2)高窒素ステンレス鋼製品:

加圧ESR法により1重量%以上の窒素を含有する高窒素ステンレス鋼を創製し、その優れた耐食性、高強度特性を明らかにしてきた。本鋼は新しい高耐食・高強度・省ニッケル型ステンレス鋼として機械部品への応用が期待されると同時に、ニッケルを全く含まないステンレス鋼の創製も可能であるため、抗ニッケルアレルギー材として医療・生体用材料として期待されている。

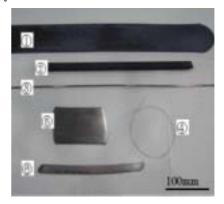
商品化研究の進め方とこれまでの活動

「使われてこそ材料」のスローガンのもとに、超 鉄鋼の具体的な商品化を目指して、適用可能な



用途開拓を行い、必要となる塑性加工性、破壊靱性、耐摩耗性、被削性、コスト等を対象に実用化前基礎研究を企業との共同研究を通して進める。また、超鉄鋼の用途開発や商品化に必要な特許検索やマーケティング調査等については技術展開室でと連携して進める。

最近の当研究室の活動例としては、新聞でも紹介された諏訪商工会議所と超鉄鋼研究センターとの共同事業による「STX-21 共同研究会」の取り組みがある。同地区は世界の精密機械工業をリードしてきた技術家集団であるが、将来のさらなる国際競争力を確保するための新素材および新技術として、超鉄鋼プロジェクトの成果である超微細粒鋼や高窒素ステンレス鋼に注目したのであった。商品化研究室としても共同研究体制のもと商品化を全面的に支援し、今後の幅広い活動の先例としたい。



6 ミリ厚板; 12.8 ミリ径棒; 3.2 ミリ径ワイヤー; 0.32 ミリ径ワイヤー; 2 ミリ厚板; 0.6 ミリ厚板 図 高窒素ステンレス鋼の成形試作例

*)技術展開室:当機構研究業務部内の組織で、 特許管理、特許実施権設定等の知的財産管理並 びに、展示会·講演会等、研究成果の社会への普 及·還元等の促進を担当する。

7月、8月の出来事		今後の予定	
H14.7.18 H14.8.6-8	独立行政法人評価委員会物質・材料研究機構部会サイエンスキャンプ	H14.8.29 H14.9.20 H14.10.3-5 H14.10.12-13 H14.11. 2-4	第 17 回フロンティア企画調整委員会 中日自動車材料ワークショップ(中国・上海: NIMS と CISCRI の共催) 溶接学会秋季大会 つくば科学フェスティバル 2002 日本金属学会・日本鉄鋼協会秋期 大会
			XX

4 STX-21 ニュース