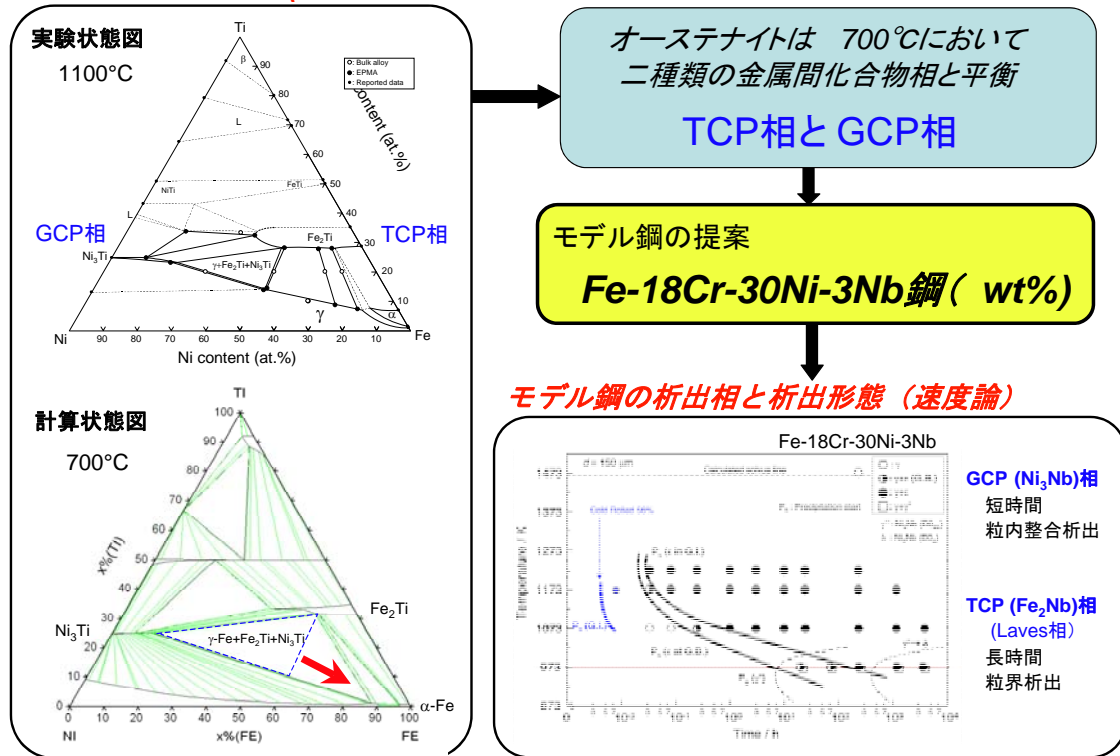


700°Cでの相平衡予測 (平衡論)



図①-4)-10 平衡相を強化相とするモデル鋼の提案までの流れとモデル鋼における金属間化合物の析出

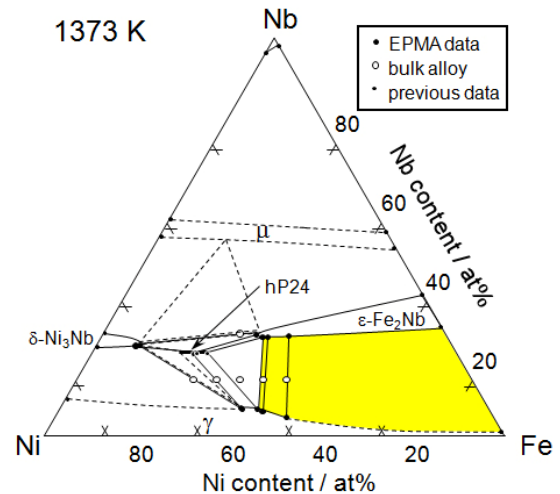
図中には、その一例として Fe-Ni-Ti 3 元系での結果を示す①-4)-5、①-4)-6。1100°Cの実験状態図より、Fe₂Ti Laves 相の単相領域は等 Ti 濃度側に Ni 濃度約 30 at.%まで大きく拡大し、γ+Fe₂Ti 2 相領域は Ni 濃度 9~35at.%と広い組成範囲で存在する。また、Ni 濃度がそれ以上高くなると Ni₃Ti 相(GCP 相)が現れて γ+Fe₂Ti+Ni₃Ti 3 相共存領域となる。また、計算によって求めた 700°Cにおける等温断面図を同図に示す。この計算状態図は、金属間化合物相については 2 副格子モデル、不規則相 (γ-Fe) には正則溶体モデルを採用し、熱力学計算ソフト (Pandata) により実験結果を再現する相互作用パラメータを 1100°Cおよび 1200°Cそれぞれの温度において求め、その値の温度依存性の有無を考慮して計算した結果である。高温での実験状態図と比較すると、γ+Fe₂Ti+Ni₃Ti 3 相共存領域が大きく Fe-rich 側に拡大することがわかる。すなわち、この計算結果は、Fe-rich 側の組成において TCP 相 (Fe₂Ti 相) のみならず GCP 相 (Ni₃Ti) も平衡相として析出することを示唆する。

同様の実験を他の 3 元系においても行った。図①-4)-11 に Fe-Ni-Nb 3 元系の 1100°Cにおける等温断面図を示す①-4)-7。この系では、Ti の場合と同様、Fe₂Nb Laves 相単相領域は等 Nb 濃度方向に大きく拡大し、広いγ-Fe/ Fe₂Nb 2 相領域を示す。しかし、Ti の場合とは異なり、1100°Cにおいてα-Fe 存在しない。また、高 Ni 濃度側においては Ni₃Nb (δ) とは異なる GCP 相 (hP24 相) が存在する。したがって、相平衡計算は Ti 系に比べて複雑となり、現在計算途中であるが、温度の低下に伴いγ+TCP+GCP 3 相共存領域

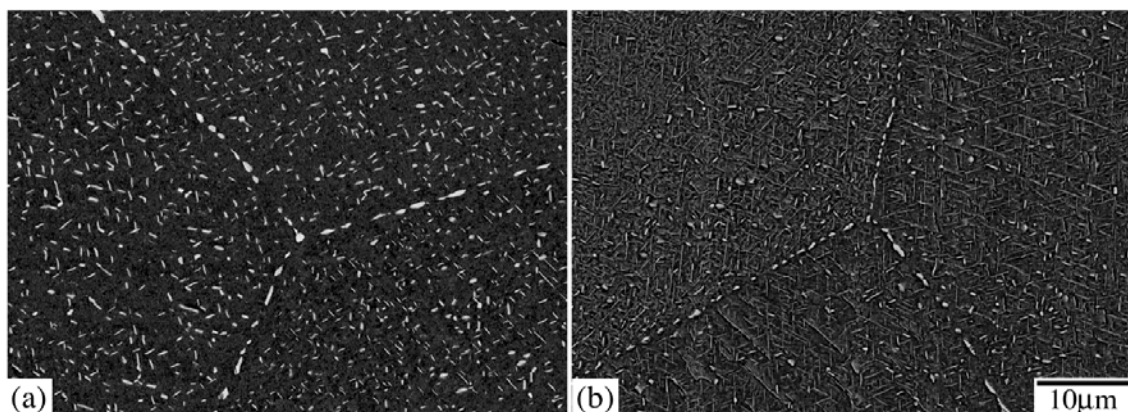
が Fe-rich 側に拡大する傾向は認められる。

以上の結果から、種々の M 元素の中で Nb は α -Fe 安定化能が最も小さく、Laves 相を強化相とするオーステナイト系耐熱鋼を設計する上では、Fe-Ni-Nb 系が最も有望な系であることを見出した。また、Cr の添加は耐熱鋼においては必須の元素であるが、Cr は γ /Laves 相間にはほぼ等分配され、3 元系の相平衡に大きな変化をもたらさないこと、また、Laves 相中への固溶により、その結晶構造 (C14 型構造) の対称性を向上させる効果も有することを明らかにした。これらの知見から、モデル鋼として、鍛造可能すなわち高温において γ 単相となり、且つ、低温側において TCP 相 (Fe_2M Laves 相) を主強化相とし、且つ、GCP 相 (Ni_3M 相) も強化相として期待できる合金組成として Fe-18Cr-30Ni-3Nb 鋼 (wt%) (Fe-20Cr-30Ni-2Nb (at.%)) を提案した。

このモデル鋼の最大の特徴は Fe_2Nb Laves 相 (TCP 相) の粒界析出にある。図①-4)-10 にはモデル鋼の TTP 図を示した^{①-4)-8}。800°C 以上での析出相は Fe_2Nb (ϵ) のみである。しかし、700°C ではさらに Ni_3Nb 相 (GCP 相) も析出する。これは、状態図から予想された結果、すなわち、 γ 相は、温度の低下に伴って TCP に加えて GCP 相とも平衡するようになるという結果と一致する。図①-4)-12 には、この鋼の 800°C および 700°C において 3600 h と最も長時間時効した試料の反射電子組成像を示す。また、図①-4)-13 には、時効に伴う硬さ変化を示す。 Fe_2Nb (ϵ) 相の析出開始線は 900°C – 1000°C にノーズを持つ C 曲線となる。この Laves 相はまず粒界に優先的に析出し、粒内の析出の開始は 900°C では粒界に比べて僅かに遅い程度であるが、その傾向は温度の低下に伴い顕著となり、800°C では約 1 桁遅れる。一方、700°C の時効においても、粒界上にまず Fe_2Nb



図①-4)-11 実験的に決定した Fe-Ni-Nb 3 元系の 1100°C における等温断面図



図①-4)-12 モデル鋼 Fe-18Cr-30Ni-3Nb (wt%) の (a) 800°C 及び (b) 700°C、3600 h 時効材の反射電子組成像

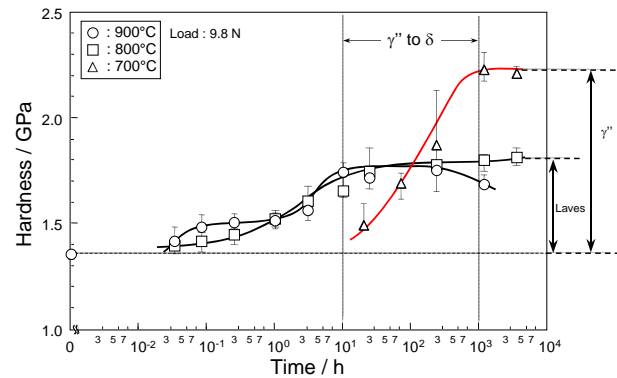
Laves 相が析出する。しかし、時効後約 10 時間で粒内に $D0_{22}$ 型構造の Ni_3Nb (γ'') 相が母相と $\{100\}_\gamma // (001)_{\gamma''}$, $\langle 010 \rangle_\gamma // [101]_{\gamma''}$ の方位関係を持って微細に整合析出する。図①-4)-13 に示す硬さの急激な増加はこの γ'' 相の析出に起因する。しかし、約数百時間時効後、 γ'' 相は安定相である $D0_a$ 型構造の Ni_3Nb (δ) 相へと変態し、その析出形態は $\{111\}_\gamma // (010)_\delta$, $\langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle_\gamma // [100]_\delta$ の方位関係をもつためヴィドマンステッテン状へと変化する (図 1.4.12 (b))。したがって、

Laves 相の粒内析出は これらの GCP 相の早期の粒内析出による過飽和度の低下により著しく抑制される。しかし、粒界 Laves 相の析出は長時間時効後も生じ、大半の粒界が Laves 相で覆われる。また、その大きさも長時間時効にも関わらず 1–2 μm と細かい。

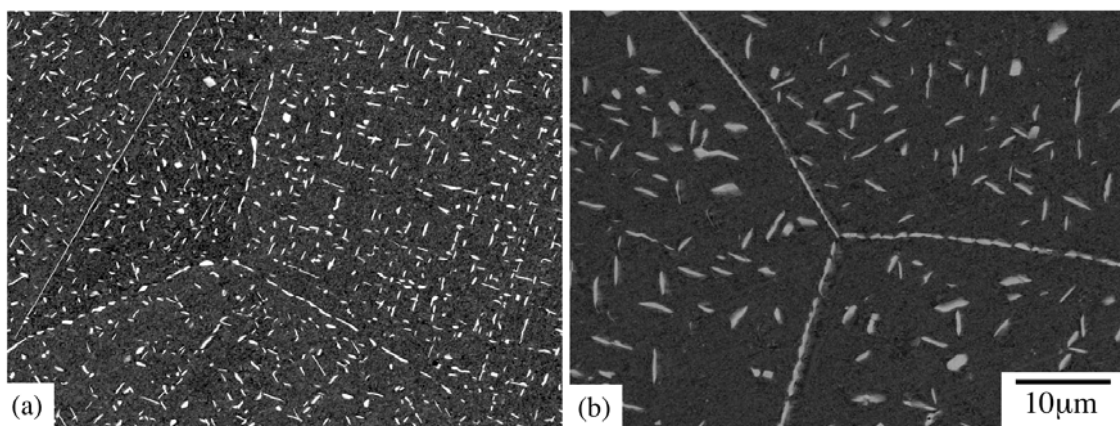
以上のように、この鋼における最も特徴的な組織は粒界に優先析出する Fe_2Nb Laves 相にある。

この Laves 相の粒界析出は微量のボロンの添加により著しく促進される①-4)-9。図①-4)-14 にモデル鋼 (Base 鋼) およびこれにボロンを 0.03 at.% (0.007 wt%) を添加した鋼 (B 添加鋼) を Laves 相のみが析出する 800°C にて 1200 h 時効した試料の組織を示す。基本鋼では粒界の約半分が Laves 相により覆われるが、B 添加鋼では大半の粒界が Laves 相で被覆されることが分かる。一方、粒内では、B を添加すると Laves 相の大きさはむしろ粗大化し、その析出密度は Base 鋼よりも小さくなる。そこで両鋼の全粒界面積に対する Laves 相の析出した粒界面積の割合を粒界被覆率 (ρ) と定義して定量化した。

図①-4)-15 に両鋼の 800°C および 700°C における Laves 相の粒界被覆率 (ρ) の時効に伴う変化を示す。いずれの温度においても B の添加は粒界 Laves 相の析出を著しく促進し、800°C/24 h の ρ は Base 鋼の 2 倍以上の 70% にも達する。その後も ρ は増加し、1200 h 時効後 89% に達して飽和する。また、粒内に Ni_3Nb が析出する 700°C において



図①-4)-13 モデル鋼の時効に伴う硬さ変化



図①-4)-14 Base 鋼 (a) および B 添加鋼 (b) の 800°C/1200 h 時効材の反射電子組成

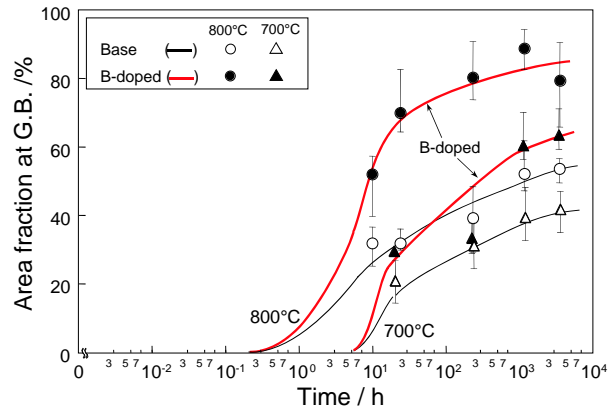
も、B 添加鋼の ρ は Base 鋼よりも大きく、特に 3600 h 時効後も増加する傾向が明らかに認められる。

以上の結果から、モデル鋼では Laves 相が粒界に優先析出し、時効に伴いその被覆率が増大すること、また、ボロンの微量添加は Laves 相の粒界析出を促進し、粒界被覆率を増大させることを明らかにした。なおボロンが粒界 Laves 相の析出を促進させる機構については現時点では不明であり、今後の課題である。

Base 鋼の 700°C における定応力クリープ試験を 120 MPa、140 MPa および 200 MPa の 3 水準で行った^{①-4)-3, ①-4)-8}。その時の瞬間塑性ひずみは、200 MPa では約 3.8 %と著しく大きな値を示したが、140 MPa および 120 MPa では 0.5 %以下と小さい。この違いは、本鋼の 700°C における耐力が約 150 MPa であり、負荷応力が耐力以上と耐力以下によるものである。また、クリープ伸びは 200 MPa では約 0.5 %以下と小さいが、140 MPa および 120 MPa ではそれぞれ約 2.0 %および 3.1 %となり、応力の低下に伴って増加する。

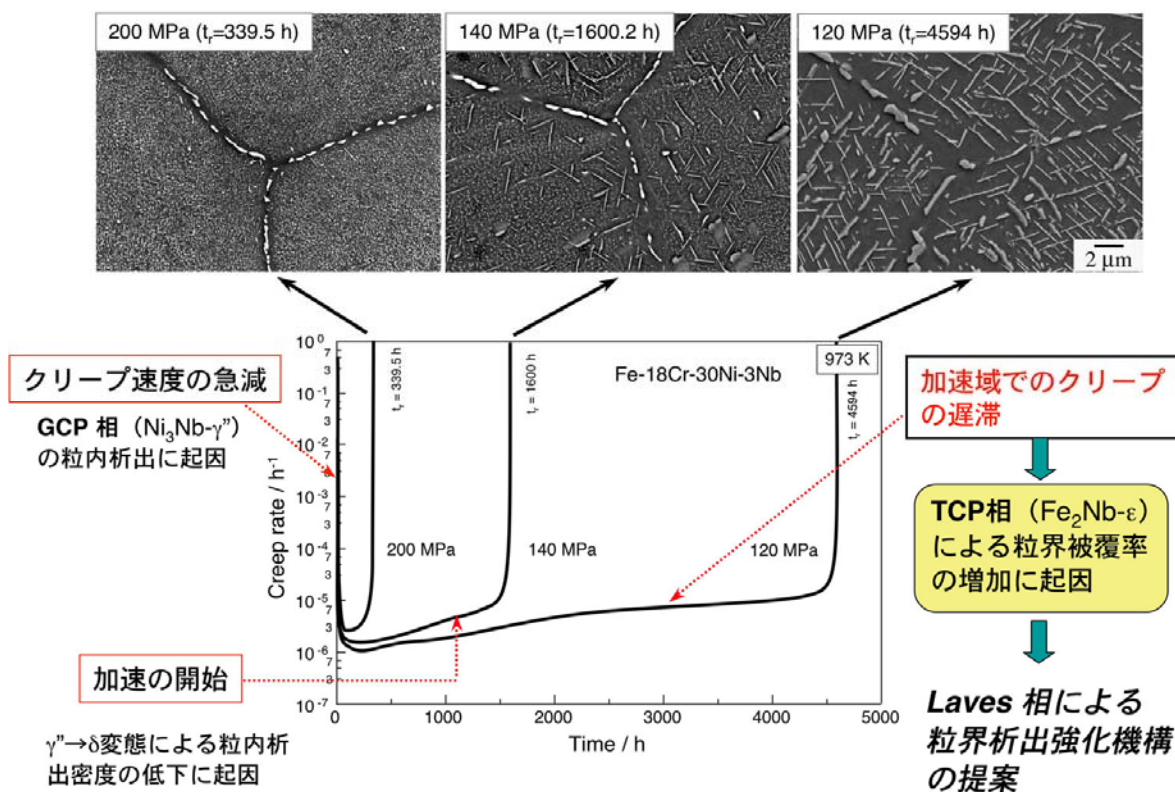
図①-4)-16 に Base 鋼のクリープ速度-時間曲線を、その破断材の組織とともに示す。いずれの応力においてもクリープ速度は試験開始直後から著しく減少し、応力によらず約 100 h でほぼ同程度の最小クリープ速度 ($\dot{\epsilon}_m = 10^{-6}/h$ レベル) に達する。この遷移域でのクリープ速度の著しい減少は、破断材の組織からも明らかなように、試験中に準安定な $Ni_3Nb-\gamma''$ 相 (GCP 相) の粒内への微細整合析出に起因する。なお、 γ'' 相の析出形態は負荷時の弾性ひずみの導入によって母相との格子ミスフィットが低減し、微細均一になることを確認している。応力 200 MPa では、クリープ速度が最小値に達した後、早期に加速して破断に至り、その破断時間 (t_f) は 339.5 h である。応力 140 および 120 MPa におけるクリープ速度は約 500 h 以降に緩やかに加速する。140 MPa の破断材 ($t_f=1600$ h) の粒内にはヴィドマンステッテン状に δ 相が認められる。したがって、加速の原因は粒内 γ'' 相の δ 相への変態による析出密度の低下に起因することは自明である。一方、120 MPa でのクリープ速度は約 2000 h まで加速するものの、その後加速の遅滞が認められ、約 4000 h までほぼ一定値を示した後破断 ($t_f=4594$ h) に至る。ここで、単純時効材の組織観察結果から、 γ'' 相は約 2000 h 時効においてほぼ δ 相に変態する。事実、120 MPa 破断材の組織において、粒内は粗いヴィドマンステッテン状組織である。粒内 GCP 相が粗大化しているにも関わらずクリープ速度が加速せず、逆に遅滞するのは、大半の粒界が平衡相である安定な Fe_2Nb 相 (TCP 相) の粒界への優先析出によって覆われているためであり、TCP 相による粒界析出強化に起因すると推察される。

そこで、粒界被覆率を向上させる B 添加鋼を用いて、700°C/120 MPa にてクリープ試験を行った。そのクリープ速度-時間曲線を Base 鋼の結果と併せて図①-4)-17 に示す。B 添加鋼における遷移および加速初期のクリープ速度は Base 鋼とほぼ同じである



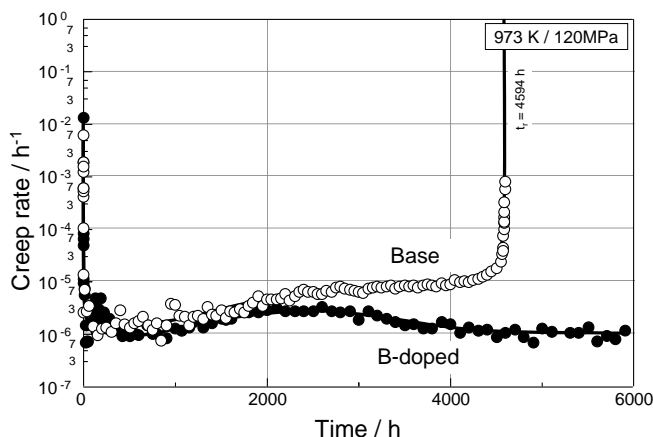
図①-4)-15 Base 鋼及び B 添加鋼の時効に伴う粒界被覆率の変化

が、3000 h 以降になるとクリープ速度は遅滞するのみならず減少に転じる。この長時間側でのクリープ速度の減少は B 添加による Laves 相の粒界被覆率の増大に起因することは明らかである。なお、B 添加鋼は現在も試験中（6000 h 超）である。



図①-4)-16 モデル鋼（Base 鋼）の 700℃、種々の応力におけるクリープ速度-時間曲線と破断材の組織観察結果から得られた強化機構

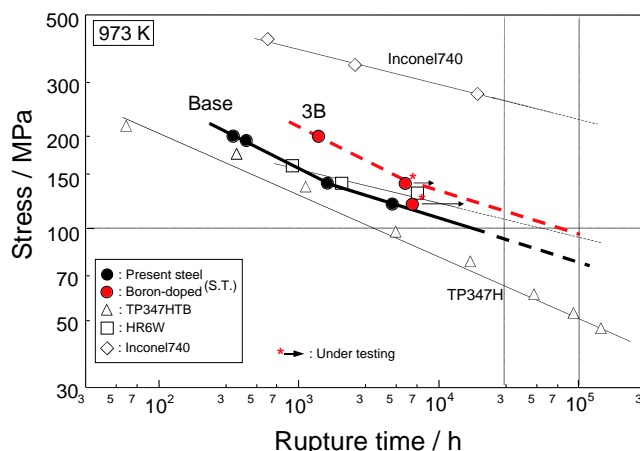
以上の結果より、GCP 相の粒内整合析出は短時間側での強度の向上には有効であるが、低応力・長時間側でのクリープ破断強度の向上には平衡相 Laves (TCP 相) による粒界析出強化が最も重要な強化機構であると結論される。なお、予め 800℃にて時効を施し、Laves 相のみを粒界に析出させ、被覆率を 40%とした Base 鋼を 700℃にてクリープ試験した結果、クリープ伸びは 50%以上を示した①-4)-7、①-4)-8。この事実は既存の先入観、すなわ



図①-4)-17 Base 鋼および B 添加鋼の 700℃ / 120 MPa におけるクリープ速度/時間曲線。

ち、Laves 相は硬くて脆く、材料の機械的性質を劣化させる有害相であるとの考えを根底から覆すものである。劣化の原因は Laves 相にはあらず、試験中に析出相の遷移がもたらす組織変化にある。

図①-4)-18 に 700℃における Base 鋼および B 添加鋼の応力/破断時間曲線を現用の TP347HTB 鋼^{①-4)-10} および欧米において A-USC の最も有望な候補材と見なされている Ni 基合金 Inconel 740^{①-4)-11} と併せて示す。Base 鋼の破断強度は耐力以上と以下では異なり、耐力以上の場合には、 γ'' 相の粒内析出の促進による短時間側でのクリープ抵抗の増大によって破断時間は長くなる傾向を示す。そこで、耐力以下である 120 MPa および



図①-4)-18 Base 鋼及び B 添加鋼と既存の耐熱鋼の 700℃における応力/破断時間曲線

140 MPa の破断時間から外挿すると 700℃、100 MPa のクリープ破断時間は約 2×10^4 h となり、 10^5 h クリープ破断強度は約 80 MPa となる。これは炭化物で強化したオーステナイト系耐熱鋼 TP347HTB 鋼の値約 50 MPa よりもはるかに強く、本鋼が優れたクリープ破断強度を示すことは明らかである。また B 添加鋼の低応力側はまだ試験中であるが、200 MPa での破断時間は 1373 h であり、Base 鋼の約 4 倍強となる。そこで、Base 鋼の応力/破断時間曲線の傾きを用いて B 添加鋼における 3×10^4 h クリープ破断強度を外挿法により見積もると 110 MPa 以上となる。したがって、本研究の中間目標である 700℃、 3×10^4 h クリープ破断強度 100 MPa 以上を達成することは間違いない。

本研究ではこれまでに平衡相である TCP 相を利用した粒界析出強化が低応力・長時間側での強度向上に対して重要な強化機構であることを見出した。この TCP 相による粒界析出強化を最大限利用する組織制御の手法を確立すれば、さらなる高強度化が可能となり、最終目標（700℃、 10^5 h クリープ破断強度 100 MPa 以上）を達成し得る日本発の世界最高強度のオーステナイト系耐熱鋼の開発への展開は十分に期待できる。今後は TCP 相による粒界析出相の形態とクリープ抵抗およびクリープ損傷との関係を定量的に評価して粒界析出強化の機構を明らかにする。また、本鋼のように、クリープ中に粒界および粒内に化合物相が析出し、その析出相の種類が温度によって変化する場合、長時間寿命を従来の温度加速試験によって評価する手法は適用できない。そこで、新たな寿命評価法について組織の観点から検討する。一方、助成側と連携してプロセッシングや溶接性などを検討し、実用化へ向けた展開を積極的に図っていく。

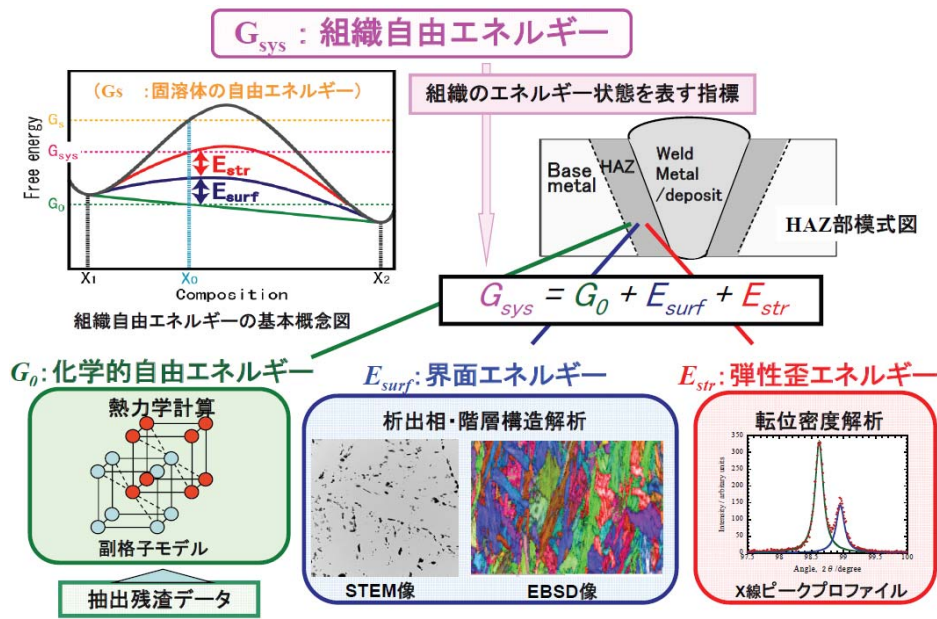
①-4) - 3 - 3 長時間強度予測技術の開発（組織パラメータによるクリープ損傷評価）

組織パラメータによるクリープ劣化度の測定とそれらの組み合わせ適用による高精度化を目的としてナノレベルの組織変化の材料学的研究を、また、局所強度特性の測

定とデータ取得を実施した。以下に、組織自由エネルギー法、粒界方位差測定法、高精度陽電子消滅寿命測定法および極小スモールパンチクリープ試験法の研究成果について述べる。

(1) 組織自由エネルギー法

これまで、合金の析出におけるエネルギー変化は、図①-4)-19 に示すように、組成 X_0 の固溶体の自由エネルギー G_s と、その平衡相 (図中の X_1 と X_2) が自由エネルギー曲線に張る共通接線で決まるエネルギー値 $G_0 (= G_{chem})$ で与えられるとされてきた。しかしながら、析出相の生成により界面が生じるため、界面エネルギー増分 E_{surf} が生じるはずであり、また母相と析出相間が整合であった場合、ひずみエネルギーの増分 E_{str} が生じるはずである。従って、析出初期には、系のエネルギーは G_{chem} ではなく、 $G_{chem} + E_{surf} + E_{str} (= G_{sys})$ になっているはずである。この $G_{sys} - G_{chem}$ のエネルギーは、その後の析出物の粗大化等の組織変化の駆動力となる。この G_{sys} が組織自由エネルギーである。 G_{sys} の変化を測定することにより、その組織の変化の度合いを知ることができる。さらに、 G_{sys} は試料の部分ごとに評価することができるので、局所的な組織変化 (組織劣化) の状態も知ることができる。

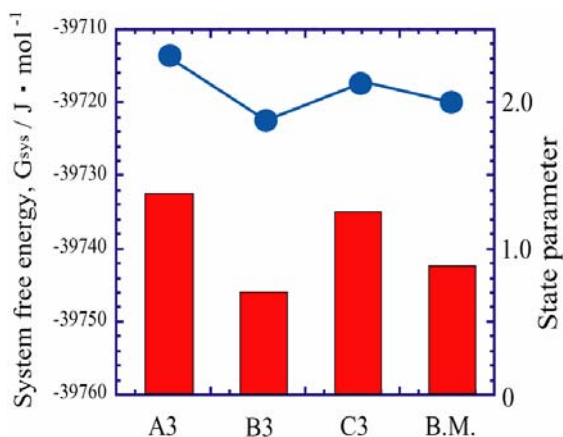


図①-4)-19 組織自由エネルギーの基本概念図

ここで、高 Cr フェライト系耐熱鋼では、 G_{chem} を熱力学データベース (Thermo-Calc) を用いた計算により求め、 E_{surf} については MX 型炭窒化物、 $M_{23}C_6$ 炭化物、Laves 相の界面エネルギーおよびマルテンサイト相のラス・ブロック、パケット境界の界面エネルギーを評価した。さらに、ラスマルテンサイト相の転位密度を X 線プロファイル解析^{①-4)-12} によって求め、それを基に転位の歪エネルギーとして E_{str} を見積もった。なお、実溶接継手の HAZ 部の幅は数 mm しかなく、粗粒域または細粒域などの領域ごとに抽出残渣採取用等の試料を切り出すことが困難なため、ここでは、HAZ 再現模擬溶接熱

処理材における粗粒域および細粒域における界面エネルギーと化学的自由エネルギーの値を用いた。

Gr.92 鋼の HAZ 再現模擬溶接熱処理材について各エネルギーの総和として組織自由エネルギーを求めた結果を図①-4)-20 の棒グラフとして示す。なお、図中の折れ線グラフと右軸については後述する。さて、溶金近くの Fusion 線熱処理の A3 では-39732J/mol、二重細粒 HAZ 熱処理の B3 では-39746J/mol、粗粒+細粒 HAZ 熱処理の C3 では-39735J/mol、母材では-39742J/mol となった。析出によるひずみや界面に蓄えられるエネルギーまで含めた組織自由エネルギーにおいて、細粒域 HAZ の熱サイクルを模擬した B3 が粗粒域 HAZ の熱サイクルを模擬した A3 より約 12J/mol 小さいという結果となった。また、母材部における組織自由エネルギーよりも約 4J/mol 小さくなっていて、一般に、HAZ 細粒域は母材に比べクリープ強度が低く、このことと組織自由エネルギーは対応しており、組織自由エネルギー変化がクリープ強度を予測する上で有用であると考えられる。また、B3 と C3 とを比較すると、B3 の組織自由エネルギーの方が約 12J/mol 低いことから、細粒域でクリープ強度が低下するのは 2 回目以降の熱サイクルの影響であることが示唆される。



図①-4)-20 HAZ 再現模擬溶接熱処理材の組織自由エネルギー（左軸と棒グラフ）と状態パラメータ（右軸および折れ線）
A3: Fusion 線熱処理、B3: 二重 FGHAZ 熱処理
C3: CG+FGHAZ 熱処理、 B.M: 母材

別途、クリープ試験材および HAZ 再現模擬溶接熱処理材を用いて、評価した結果から、化学的自由エネルギーと界面エネルギーの変化に比べて、転位密度に基づく弾性ひずみエネルギー変化は、クリープ初期および HAZ 再現組織変化に対して極めて敏感であることが明らかとなった。この敏感な変化の代表例として Gr.92 鋼における溶金界面からの距離に伴う転位密度の変化を図①-4)-21 に示す。溶金界面では $2 \times 10^{14} / m^2$ と高い転位密度を示す。この高い転位密度は 1.2mm まで保持されている。1.2mm より溶金から離れた 1.6mm になると急激に転位密度が低下し、ほぼ $5 \times 10^{13} / m^2$ となる。これらの傾向は Gr.91 鋼でも同様であったが、Gr.91 鋼では Gr.92 鋼に比べ転位密度は約半分と低い値を示した。Gr.92 鋼におけるこの高い転位密度は以下のように考えられる。Gr.92 鋼はボロンおよびタングステンを含むため、組織の回復が遅く、かつひずみを蓄積しやすいものと推察される。その後の熱影響および溶接後熱処理によっても回復が緩やかで、結果として Gr.91 鋼に比べ高い転位密度を維持したものと考えられる。このことは、Fe-Cr-Mo および Fe-Cr-W の 3 元系における拡散実験で、Fe-Cr 合金中の W の相互拡散係数が Mo に比べてほぼ $1/2$ と遅いことと関連している^{①-4)-13}。

Gr.92 鋼の実溶接材 HAZ 部における溶金界面からの距離による組織自由エネルギー

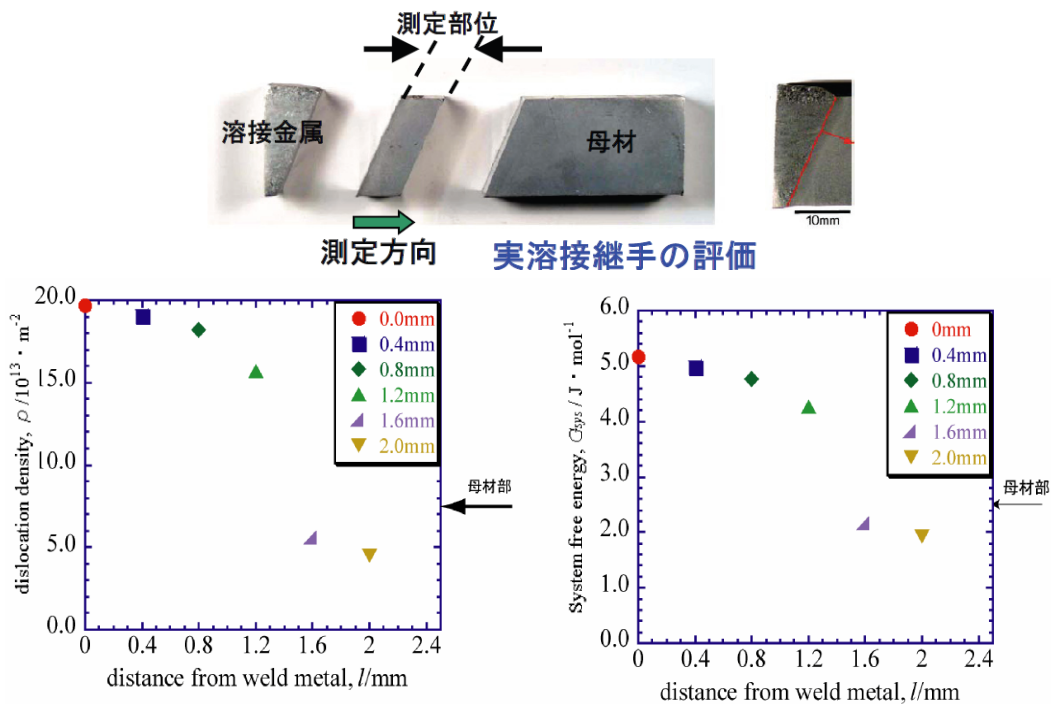
は、粗粒域では-39731J/mol、細粒域では-39746J/molであり、細粒域では粗粒域に比べ約 15J/mol 低くなった。また、母材部では細粒域より約 1J/mol ほど大きな組織自由エネルギーを示した。HAZ 細粒域母材に比べてクリープ強度が低下していることと、HAZ 細粒域で組織自由エネルギーが減少していることは対応しており、組織自由エネルギーはクリープ強度を予測する上でも有用であることが確認された。

HAZ 再現模擬溶接熱処理材をさらに 650°Cで 180 時間の時効熱処理を施した結果 Laves 相析出も認められ、それぞれの組織自由エネルギーは、A3: -39743J/mol、B3: -39747J/mol、C3: -39745J/mol、母材: -39746J/mol となった。それぞれ減少量は、A3 で 10J/mol、B3 で 1J/mol、C3 で 10J/mol、母材で 4J/mol となり、全ての試料で組織自由エネルギーは減少し、かつ B3 が最も低い値を示した。PWHT 後の各エネルギー値を基準として時効熱処理後の組織自由エネルギー変化から、損傷状態を表現するパラメータ値を以下の式で定義した。

$$P = \left(1 - \frac{\Delta G_{chem}(measure)}{\Delta G_{chem}(total)}\right) + \left(1 - \frac{\Delta E_{str}(measure)}{\Delta E_{str}(total)}\right) + \left(1 - \frac{\Delta E_{surf}(measure)}{\Delta E_{surf}(total)}\right) \quad \text{①-4)-1}$$

その結果、パラメータ値 P は A3: 2.3、B3: 1.9、C3: 2.2、および母材: 2.0 となった。このパラメータは 0 に近づくほど劣化が大きいことを示すが、B3 の値が最も小さく、劣化が進んでいることを示していた。この結果は図①-4)-20 の右軸および図中の折れ線として表している。

クリープ中断・破断材の解析から組織自由エネルギー変化を時間の緩和関数として表現できることがわかった。さらに、組織自由エネルギーのうち、ひずみエネルギー



図①-4)-21 Gr.92 鋼の溶接 HAZ 部における転位密度変化とそれによるひずみエネルギー変化

の緩和時間 (τ) は顕著な応力依存性を示すことが明らかとなった。これにより、組織自由エネルギー変化の応力 σ に対する依存性が $\tau(\sigma)$ として表現できることが明らかとなった。

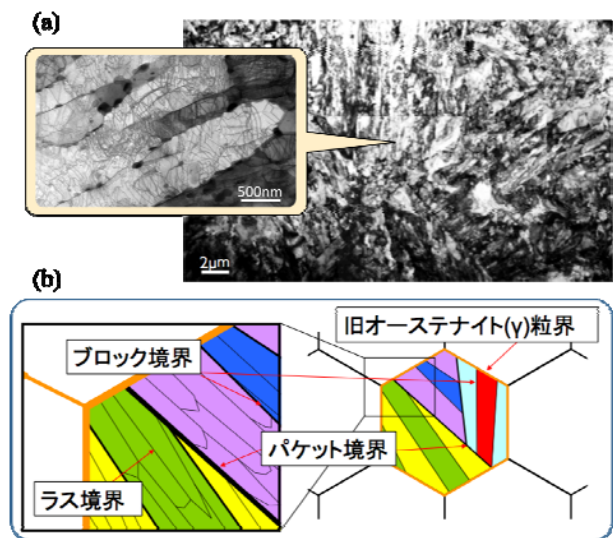
以上に述べたように、HAZ 部における転位密度の不連続変化にともなうひずみエネルギーの特異な変化と、HAZ 組織とクリープ初期におけるひずみエネルギーの敏感性が明らかとなったが、長時間側での HAZ 組織とその強度については、長時間側までゆっくり変化する化学的自由エネルギーと界面エネルギー変化をさらに精度よく評価する必要がある。そのためには、今後、化学的自由エネルギー、界面エネルギーおよびひずみエネルギーをすべて時間の関数として表現することにより、組織自由エネルギーの時間変化を明らかにする必要がある。

そのための手段として、1 万時間程度までのクリープ中断材と溶接部を用いた組織自由エネルギー変化のデータを取得・蓄積し、それを解析することによって組織自由エネルギーの緩和関数の精度を向上させて、長時間側の組織自由エネルギーの予測・シミュレーションを可能にする。その結果、長時間の溶接継手強度の予測が可能になると期待できる。

(2) 結晶方位差測定法

本研究は、局所方位測定法によって、高 Cr フェライト系耐熱鋼のクリープ変形に伴う組織劣化を評価し、新組織診断技術データベースとしてクリープ強度予測プラットフォームの構築に資するものであり、さらに、その評価結果を基に組織劣化機構の解明を行うものである。

局所的結晶方位の測定には、SEM-EBSP 法を用いた。EBSP(Electron Backscattering Diffraction Pattern)とは、走査電子顕微鏡(SEM: Scanning Electron Microscopy)で試料表面に電子線を照射したときに得られる回折図形のこと、それは結晶構造に依存するため、EBSP を解析することで結晶方位情報が得られる。本研究で対象とする 9Cr フェライト系耐熱鋼は、ラスマルテンサイト組織を有する。マルテンサイト変態では、FCC 構造のオーステナイト(γ)から BCC(または BCT)構造のマルテンサイト(α')への無拡散相変態が起きる。この場合、変態前の FCC と変態後の BCC(または BCT)には特定の結晶学的方位関係が成り立つ。この関係のひとつに Kurdjumov - Sacks の関係(K - S の関係)が挙げられ、 $\{111\} \gamma // \{011\} \alpha'$ 、 $\langle 110 \rangle \gamma // \langle 111 \rangle \alpha'$ である^{①-4)-14}。この関係を満足する場合、ひとつの FCC 結晶格子に対して 24 通りの BCC 結晶格子の組み合わせが存在する。ラスマルテンサイト組織は、図①-4)-22 に示すように、ほとんど同じ結晶学的方位関係をもつ

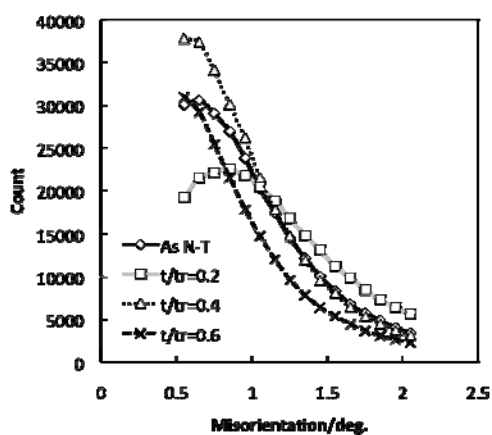


図①-4)-22 ラスマルテンサイト組織の(a)電子顕微鏡写真と(b)その模式図

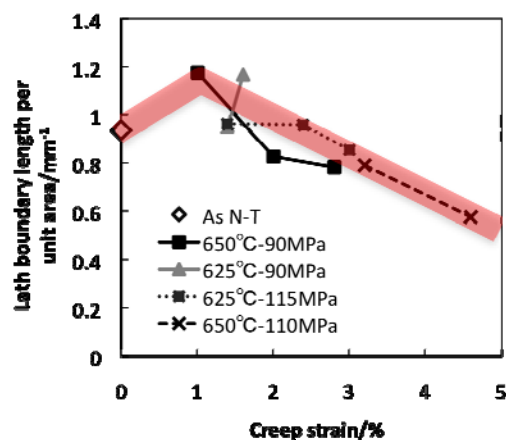
細かいラスが集まってブロックを形成し、同じ晶癖面上のブロックが集まってパケットを形成する。この組織形態と K-S の関係における結晶格子の組み合わせを対応させると、パケット境界やブロック境界を判別することが可能である。また、組織中に含まれる小角粒界は、ラス境界に対応する。

図①-4)-23 は、650°C、90MPa のクリープ中断材において、2° 以下の微小な方位差分布に着目した結果である。この場合、クリープ変形が進行するとともに分布の変化が観察される。これはクリープ変形に伴ってラス境界が変化したことを示す。図①-4)-24 は、結晶方位解析結果から求めたラス境界長さの変化をクリープひずみで整理したものである。図より、クリープ変形の極初期(クリープひずみ 1%以下)では、ラス境界長さは増加することがわかる。その後、ラス境界長さはクリープひずみの増加に伴って徐々に減少する。この傾向はクリープ試験条件に依らず同様である。図①-4)-25 は、625°C、115MPa のクリープ中断材における STEM 明視野像である。(a)は $t/t_r=0.2$ の中断材であり、(b)は $t/t_r=0.6$ の中断材である。図①-4)-25 (a)中に三角矢印で示したように、クリープ極初期では亜粒界によるラスの分断が生じており、これが境界長さの増加を引き起こしたと推察される。一方、図①-4)-25 (b)より、 $t/t_r=0.6$ ではラスの球状化と粗大化が起こっており、このことが境界長さ減少の原因と考えられる。以上の結果をまとめると、1次クリープから3次クリープ前半ではブロックやパケット単位では変化せず、ラスの変化のみが生じている。このラスの変化は、微小方位差を用いて捉えることが可能である。

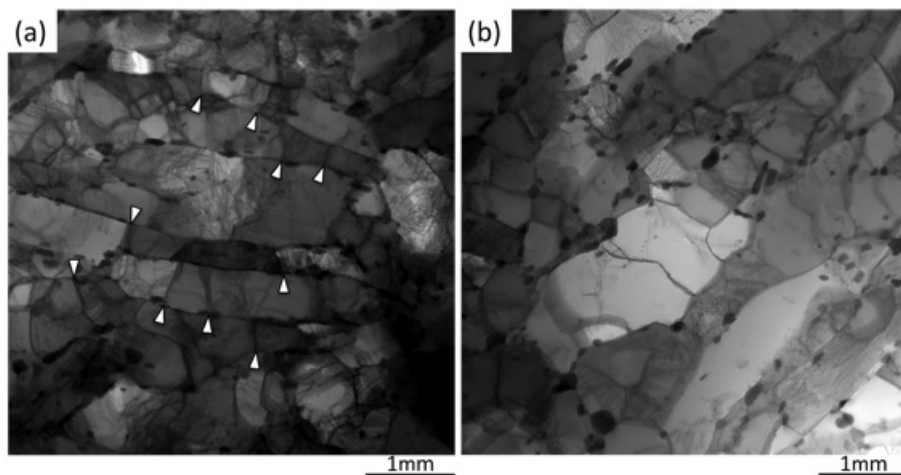
クリープ試験後、試料は破断部近傍で細くくびれており、大きな破断延性を示していた。このような破断様式はクリープ条件が異なる場合でも同様であり、破断部における断面減少率は約 90%であった。図①-4)-26 に、クリープ破断材における(a)破断部、破断から(b)1mm、(c)5mm および(d)10mm の位置での結晶方位分布図と 101 極点図を示す。結晶粒は破断部近傍で負荷方向(LD: Loading Direction)に伸長しており、マルテンサイト組織が壊れている。また、101 極点図の変化から、破断部に近づくにつれて、 $\langle 101 \rangle // LD$ となるように結晶粒が方位回転していることが分かる。図①-4)-27 は、断面減少率と $\langle 101 \rangle // LD$ である結晶粒の面積率の関係である。断面減少率が 50%を超える



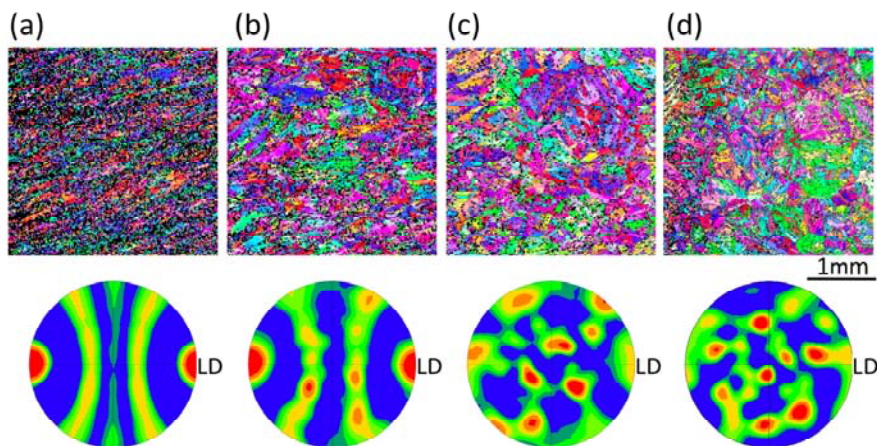
図①-4)-23 650°C-90MPa クリープ中断材における微小方位差変化



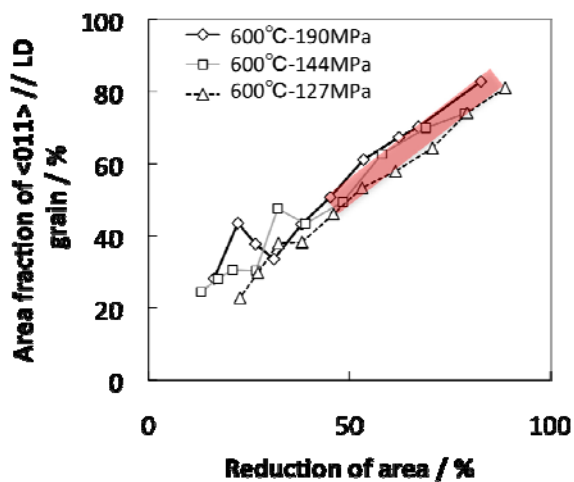
図①-4)-24 各クリープ中断材における単位面積あたりのラス境界長さ変化



図①-4)-25 625°C-115MPa クリープ中断材の STEM 明視野像、(a) $t/t_r=0.2$ 、(b) $t/t_r=0.6$



図①-4)-26 クリープ破断材における破断から(a)1mm、(b)5mm、(c)10mm および (d)15mm の位置での結晶方位分布図と 101 極点図

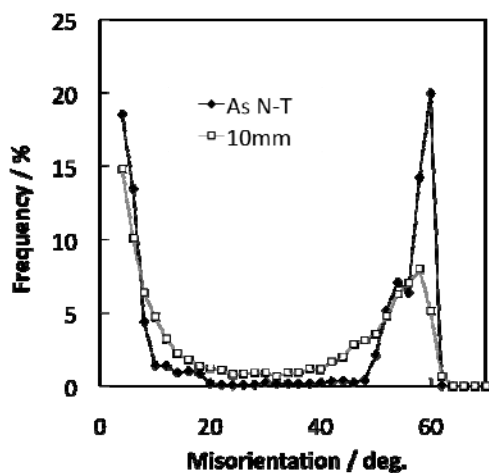


図①-4)-27 クリープ破断材における断面減少率と<101>//LD 結晶粒面積率の関係

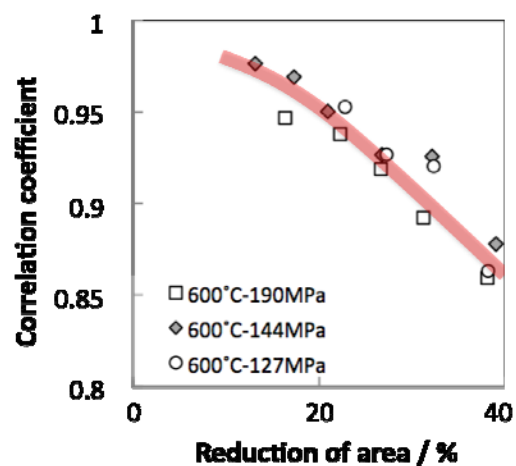
と、面積率と断面減少率の間には線形関係があることがわかる。そのため、断面減少率が50%以上の大変形を起こしたラスマルテンサイトの劣化挙動評価には、 $\langle 101 \rangle // LD$ となる結晶粒の面積率を用いることが有効である。一方、図①-4)-26(c)と(d)に示したように、破断部から5mm以上離れた領域では、一見してラスマルテンサイトを保っている。そこで次に、破断材における方位差分布を図①-4)-28に示す。図より、クリープ前の試料では、ブロック境界に対応して 50° から 60° の間に明瞭な2つのピークが確認されるのに対して、破断部から10mmの領域では、 60° 近傍の1つのピークに変化している。これは、クリープ変形に伴い組織中のブロックやパッケージが結晶方位回転を起こしたことを示している。次に、この方位差頻度分布の変化について相関係数を用いて定量評価した。ある変数 x と y の相関係数 r は、

$$r = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - m_x)(y_i - m_y)}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - m_x)^2 \sum_{i=1}^n (y_i - m_y)^2}} \quad \text{①-4)-2}$$

で与えられる^{①-4)-15}。ただし、 m_x 、 m_y はそれぞれの変数の平均値である。相関係数の最大値は1であり、1に近い程2つの変数の相関が良い。本研究では、1つ目の変数をクリープ試験前の試料における方位差分布に、2つ目の変数をクリープ破断材における方位差分布として相関係数を求めた。図①-4)-29は、求めた相関係数を断面減少率によって整理したものである。図より、断面減少率の増加に従って徐々に相関係数が減少していくことがわかる。以上の観察は、破断材を用いたものであるが、3次クリープ後半でも同様の組織変化が生じるものと推察され、ブロックに着目した結晶方位解析によって組織評価が可能である。



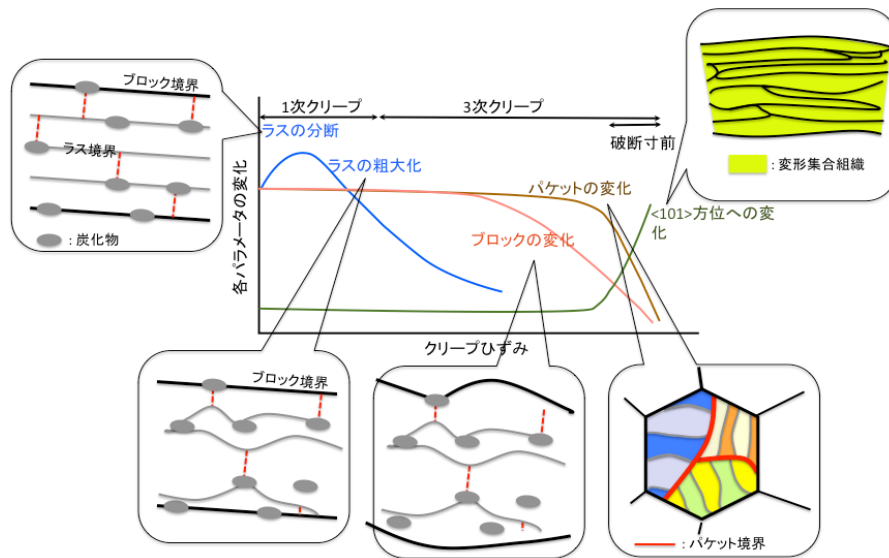
図①-4)-28 クリープ破断材における方位差分布の変化



図①-4)-29 各クリープ破断材における相関係数と断面減少率の関係

図①-4)-30は、クリープ変形に伴うラスマルテンサイトの組織変化挙動を模式的に示したものである。ここに示した変化は、2°以下の微小方位差（1次クリープから3次クリープ前半）、ブロック境界の方位変化（3次クリープ後半）、 $\langle 101 \rangle // LD$ となる結晶粒の面積率（破断寸前）に着目すれば、定量的評価を行うことが出来る。

今後は、鋼種やクリープ条件の違う試料について同様の解析を行い、本研究で確立した評価法の汎用性について検討する計画である。また、プロジェクトにおける開発鋼についても同様の評価を行い、局所方位変化データベースの構築を目指す。



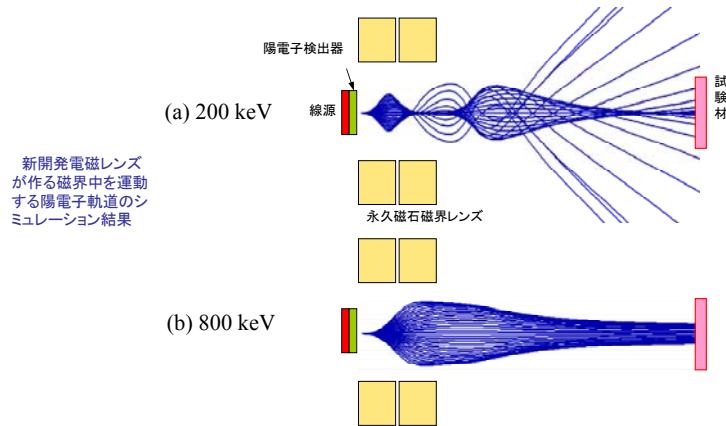
図①-4)-30 クリープ変形に伴うラスマルテンサイト組織変化の模式図

(3) 高精度陽電子消滅寿命測定法

金属材料中に打ち込まれた陽電子は、原子空孔、ボイド、転位、析出物、粒界等の欠陥に捕獲され、その位置で電子と対消滅してガンマ線を放出する。欠陥があると陽電子が材料に入射してからガンマ線が発生するまでの時間（陽電子寿命）が長くなる。陽電子寿命は欠陥の種類によって定まっているため、陽電子をクリープ試験材に打ち込み、試験材からガンマ線が放出されるまでの時間を計測し、得られるスペクトルを専用ソフトで解析することによって、材料内部の欠陥の種類と量を知ることができる^{①-4)-16}。

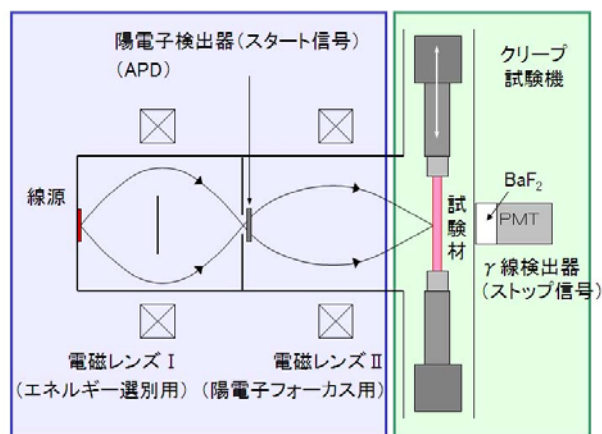
従来の陽電子寿命測定法（ $\gamma - \gamma$ 同時計測法）では、陽電子線源（放射性物質）と試験材を密着させる必要があり、クリープ試験その場測定は不可能である。そこで本研究では陽電子自身の通過信号で陽電子の入射時刻を測定する（ $\beta^+ - \gamma$ 法）を採用した^{①-4)-17}。この場合、陽電子の飛行時間のばらつきによる時間分解能の劣化を防ぐために、陽電子のエネルギーをそろえる必要が生じる^{①-4)-18}。高温クリープ試験中に耐熱材料の内部組織変化をその場解析するためには、エネルギーの揃った高エネルギー陽電子ビームを効率よく試験材に照射する陽電子ビーム発生装置を設計・開発する必要がある。

本研究では、電磁場中を運動する陽電子軌道シミュレーションと実験を繰り返し、新たに希土類超強力磁石を用いた陽電子集束レンズを開発し、特定の高エネルギー陽電子を試料に効率よく照射する高精度エネルギー選別型陽電子ビーム発生装置の開発に成功した。図①-4)-31 は新開発レンズによって ^{68}Ge からの高エネルギー陽電子 (800keV) が効率よくクリープ試験片 (直径 8mm) の位置に収束する (直径 6mm) 様子を示している。



図①-4)-31 新開発の磁気レンズのつくる磁場で特定の高エネルギー陽電子が試料上に高効率で収束されている様子 (計算機シミュレーション)

上記の成功を受け、クリープ変形評価機構の設計を行った。図①-4)-32 は世界初の陽電子線高温クリープ損傷その場評価装置の概念図である。線源から発生した陽電子は、陽電子検出器 (アバランシェ・フォトダイオード:APD) を通過し電気信号を出す。この信号は陽電子がクリープ試験材に入射する時刻を与えてくれる。その後、陽電子は磁気レンズによってフォーカスされ、効率よくクリープ試験材に照射される。試験材に打ち込まれた陽電子は、耐熱材料中の格子欠陥に捕獲され、各種の欠陥に固有の時間後に電子と対消滅して、ガンマ線となって試験材の外に放出される。放出されたガンマ線は、 BaF_2 シンチレータと光電子増倍管の組み合わせた γ 線検出器によって検出される。



図①-4)-32 陽電子線クリープ損傷高温その場評価装置の概念図

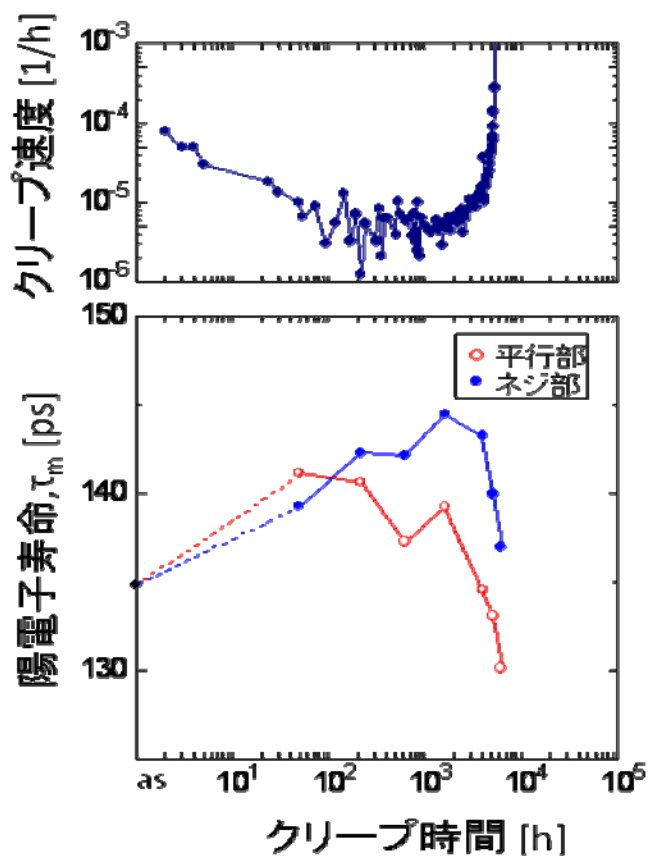
次にクリープ変形評価機構の製作を行い、上記のエネルギー選別型高速陽電子ビーム発生装置との一体化に成功した（図①-4)-33）。作製した陽電子線クリープ損傷高温その場評価装置は、陽電子ビーム導入部、陽電子消滅 γ 線検出器、電子衝撃加熱装置、光学式クリープ変位測定器等を備えている。以上のとおり、世界で初めて、クリープ変形に伴う材料中の組織劣化を、陽電子消滅寿命測定により高温その場観察できる装置と技術を整備できた。今後は、計数率ならびに時間分解能の向上と測定スペクトルの解析ソフトを開発し、実用耐熱材料の高温クリープその場測定試験を実施する。以下に、本装置によるクリープ損傷機構解明のための研究結果について述べる。

高 Cr フェライト系耐熱鋼（9Cr-1Mo-0.08C-0.3Si-0.5Mo-0.2V-0.05Nb-0.05N）を 650℃、100MPa でクリープ試験した際の、クリープ速度と陽電子寿命のクリープ時間変化を図①-4)-34 に示す。

従来の研究結果から、焼き戻しマルテンサイト状態（as）は、クリープ時間とともに、まず遷移クリープ初期にラス内の転位が徐々に消失し転位密度が低下すること、その後ラス・ブロック境界が移動・一部崩壊し、さらにサブグレイン化とその合体・成長が起こることが知られている。これらの変化はすべて陽電子寿命の減少を引き起こす要因となる。しかし、実際には図①-4)-34 に示したように、陽電子寿命は上昇することが明らかになった。これは、超微細なナ



図①-4)-33 陽電子線クリープ損傷高温その場評価装置



図①-4)-34 高 Cr フェライト鋼（9Cr-1Mo-0.08C-0.3Si-0.5Mo-0.2V-0.05Nb-0.05N）を 650℃ 100MPa でクリープ試験した際の、クリープ速度（上）と陽電子消滅寿命（下）のクリープ時間変化

析出物（おそらく MX）がクリープ変形中に析出し、材料を強化していることを示している。これは、従来の電子顕微鏡観察や、抽出残渣の研究では捉えられなかった新しい情報で、本研究によって世界で初めて明らかにされたものであり、今後クリープ損傷の機構解明や新しい耐熱材料の設計に生かされる。

一方、クリープ速度の変化（上図）が陽電子寿命の変化（下図）と大変良い対応を示していることも注目に値する（図①-4)-34）。この結果は、陽電子寿命の測定から、クリープ寿命の高精度予測にも新しい指標を提供できることを示している。

以上の研究によって、従来、顕微鏡観察で評価していた組織変化を非破壊的に原子レベルで評価することが可能になったので、組織パラメータの一つとして陽電子消滅寿命による損傷・劣化過程と材料状態の測定をより精密に行い、そのデータを蓄積して他の組織パラメータと相互比較しながら組織診断データベースを構築していく予定である。

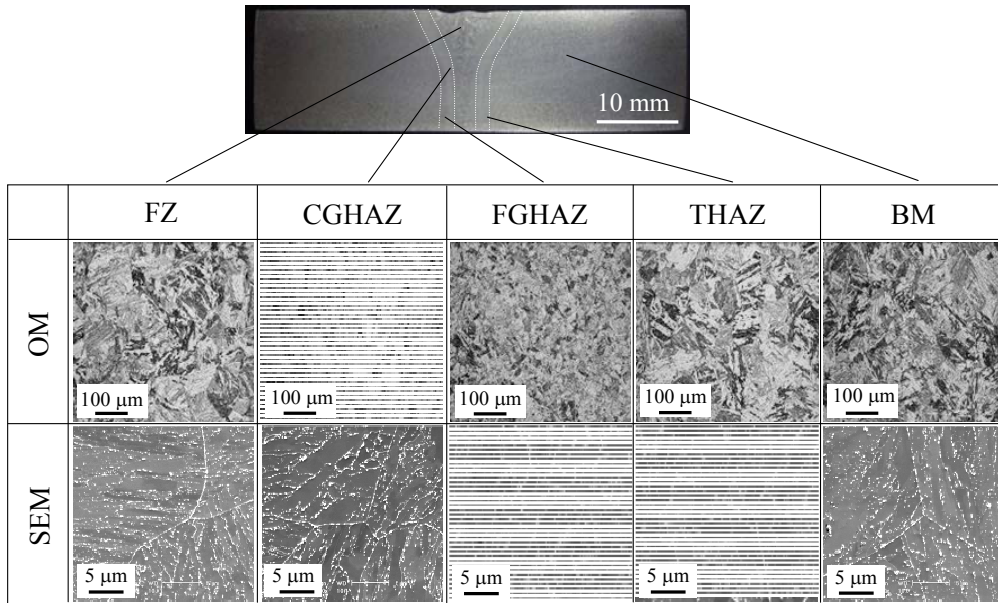
（4）極小スモールパンチクリープ試験法

高 Cr フェライト系耐熱鋼の Type IV 損傷に代表されるような溶接継手での劣化・損傷の機序を明らかにするためには、溶接熱影響部（HAZ）細粒域といった局所領域におけるクリープ特性を精度良く測定する必要がある。しかしながら、小型薄肉部材に対して適用可能なスモールパンチ（SP）クリープ試験でも、その標準試験片サイズ（10×10×0.5 mm）ではまだ大きく、さらに小さな試験片を用いた計測が不可欠である。本研究では、φ3 mm×0.25t mm（TEM ディスク）形状の極めて小さな試験片を用いた新しい局所領域のクリープ特性を計測・評価する研究開発を行った。まず、改良型 SP クリープ試験装置を新たに開発、設置し、本技術を 8Cr-2W-VTa 鋼および高温クリープ SG 共通試料（Gr.91、Gr.92、NIMS-9Cr ボロン鋼）の溶接継手局所領域に適用した。

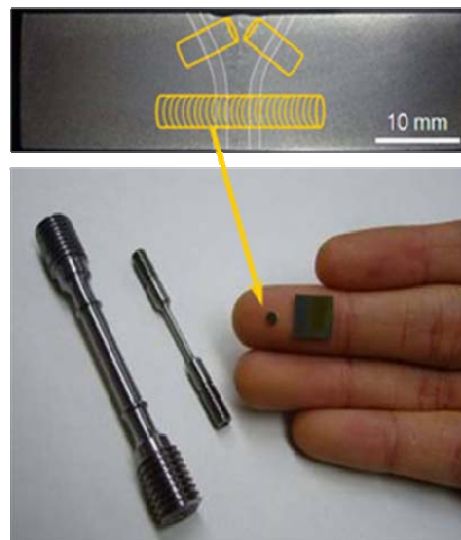
供試材として、核融合炉ブランケット用低放射化フェライト系耐熱鋼（8Cr-2W-VTa 鋼）を用いた。厚さ 15 mm の平板に対して、速度 400 mm/min、電流 0.2 A、電圧 90 kV の条件にて電子ビーム（EB）溶接した。その後、溶接継手を 993 K/1 h の溶接後熱処理に供した。溶接継手のマイクロ組織を図①-4)-35 に示す。母材（BM）は焼戻しマルテンサイト組織単相であり、この領域の硬さは約 190Hv であった。溶融域（FZ）の硬さがもっとも高く（約 250Hv）、母材（BM）に近づくとつれて硬さは徐々に低下していた。HAZ 内部では HAZ 焼戻し域（THAZ）がもっとも低く（約 175Hv）、BM よりも軟化していた。図①-4)-36 に示すように、この EB 溶接継手より φ3 mm のロッド状試験片を溶融線に対し垂直になるようにワイヤーカットにて切出した後、溶融域（FZ）、HAZ 粗粒域（CGHAZ）、HAZ 細粒域（FGHAZ）、HAZ 焼戻し域（THAZ）、母材部（BM）のそれぞれより厚さ 0.35 mm のディスク状試験片をスライスした。この試験片を厚さ 0.28 mm まで研磨した後にエッチングを行い、目標領域から採取できていることを改めて確認した。最終的な試験片形状は φ3×0.25 mm であり、試験片両面をバフ研磨にて鏡面仕上げとした。

SP クリープ試験は、図①-4)-37 に示す高温 SP 試験装置と改良治具を用い、温度 550～650°C、負荷荷重 35～140 MPa の条件にて実施した。荷重は φ1.0 mm のパンチャーと Si₃N₄ ボールを介して試験片表面中央に負荷した。また、変形量は荷重線上変位として、

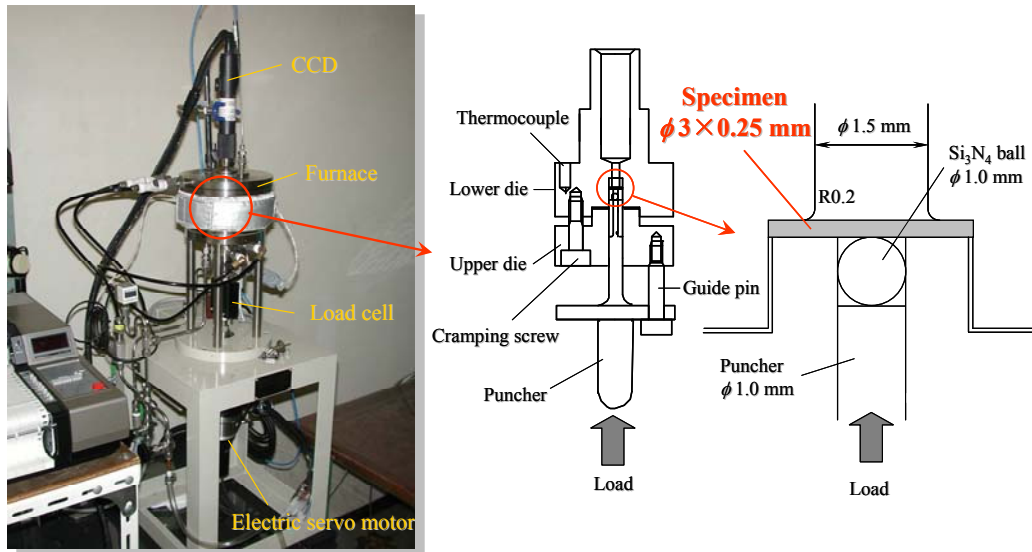
圧縮ロッドの移動距離より測定した。なお、試験片の酸化を防ぐため、試験雰囲気は Ar ガスとした。



図①-4)-35 溶接継手各局所領域のマイクロ組織

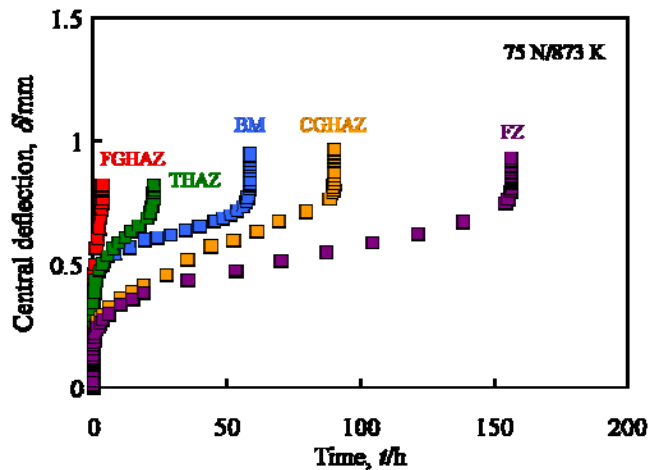


図①-4)-36 SP 試験片採取位置

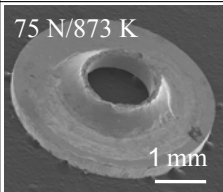
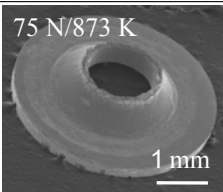
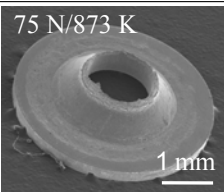
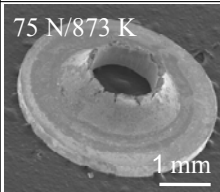
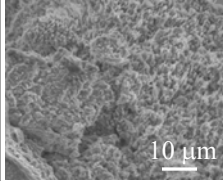
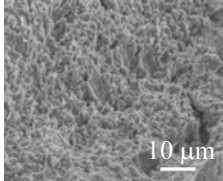
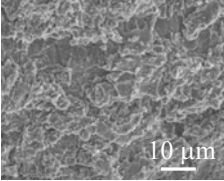
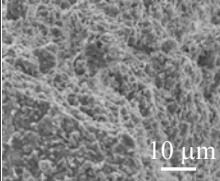


図①-4)-37 高温 SP 試験装置と改良治具

75 MPa/600 °C で計測された 8Cr-2W-VTa 鋼各局所領域の SP クリープ曲線を図①-4)-38 に示す。同図より、FZ と CGHAZ の負荷直後の変位が他の領域に比べ小さいのがわかる。これは、FZ と CGHAZ の初期強度そのものが他の領域に比べ高いためである^{①-4)-19}。高荷重短時間試験の例ではあるが、本試験条件においては、FZ、CGHAZ、BM、THAZ、FGHAZ の順で SP クリープ破断強度が低下している。破断試験片の SEM 観察の結果を図①-4)-39 に示す。破壊は円



図①-4)-38 各局所領域のSPクリープ曲線

| | BM | THAZ | FGHAZ | CGHAZ |
|------------------|---|---|--|---|
| Specimen |  |  |  |  |
| Fracture surface |  |  |  |  |

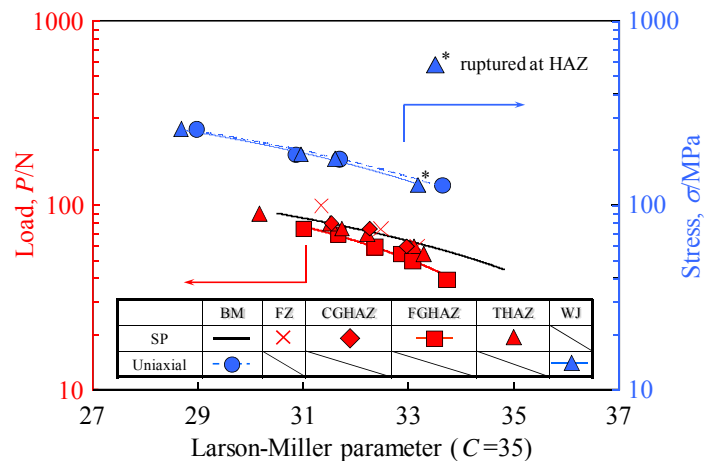
図①-4)-39 試験後の SP 試験片と破断面

周上に沿って生じており、破面はディンプルを伴う粒内延性破壊を呈していた。今回の試験条件では、試験片採取位置による破壊形態の大きな違いは観察されなかった。

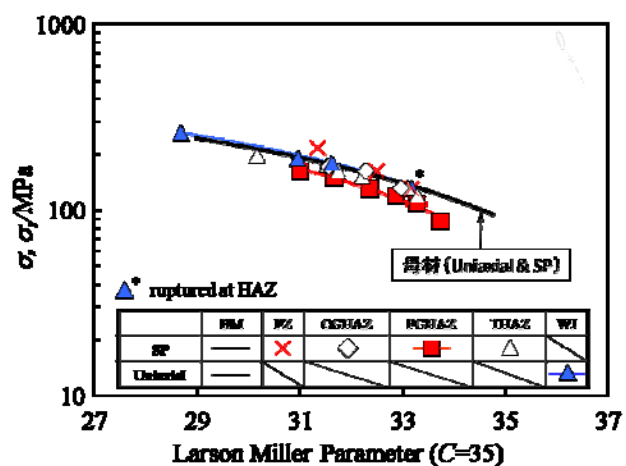
8Cr-2W-VTa 鋼各局所領域の SP クリープ破断試験結果を Larson-Miller パラメータを用いて整理したものを図①-4)-40 に示す。同図には単軸クリープ試験結果も併せて示している。FGHAZ の SP クリープ破断強度は BM のそれに比べ低下しており、低荷重側でその差はより顕著である。CGHAZ および THAZ の破断強度は BM のそれとほぼ同等、もしくは若干低下しているように思える。また、FZ については比較的高荷重側で BM より破断強度が高いものの、低荷重側になるにつれて BM のそれと同等程度になっている。このように、各局所領域で SP クリープ特性が異なり、FGHAZ のクリープ破断強度が最も低下していることが明らかとなった。このことが、低応力側において溶接継手の破壊が FGHAZ において生じ、その結果そのクリープ破断強度が母材部に比べ低下する原因のひとつであると推測される。

SP 試験片において Mises 相当応力が最大となる位置 ($R=0.3 \text{ mm}$) での相当応力の板厚方向の平均値 σ_{eq} の変化を有限要素解析によって調べた。その結果、平均相当応力は試験開始直後に急激に低下した後ほぼ一定値を示し、その後破断直前に再度上昇した。また、試験荷重の増加に伴い、クリープ中に一定となる平均相当応力も上昇した。この定常状態での平均相当応力 (定常平均相当応力 σ_s) と解析で負荷した荷重 P の関係を算出したところ、両者の間には直線的な関係 ($P = 0.46 \sigma_s$)^{①-4)-19} があつた。

クリープ寿命の大半を占めるこの定常平均相当応力 σ_s が SP クリープの変形および破壊特性の支配的パラメータであると考えられたため、 σ_s を用いたクリープ破断強度評価を検討した。SP クリープ破断試験データを、Larson-Miller パラメータ ($C=35$) を用い σ_s によって整理した結果が図①-4)-41 である。BM の SP クリープ試験と単軸クリープ試験の結果はほぼ一致した。これは、SP クリープ試験における定常平均相当応力 σ_s が単軸クリープ試験応力 σ に等価であることを示唆している。このようなことから、TEM ディスクサイズ試



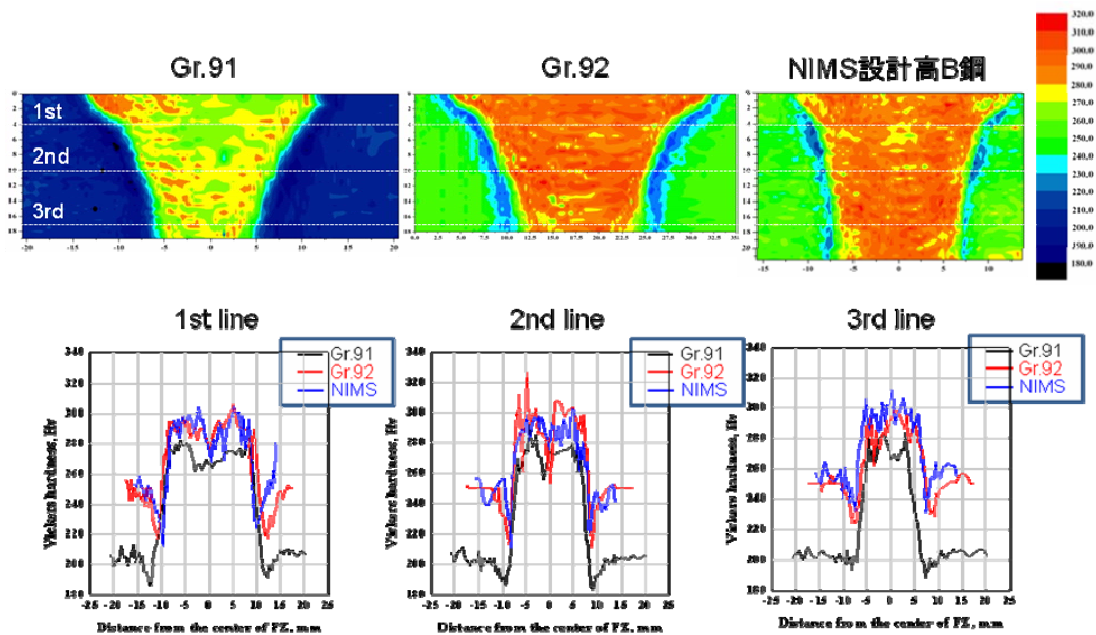
図①-4)-40 SPクリープ破断試験結果



図①-4)-41 σ_s で整理した SP クリープ破断試験結果

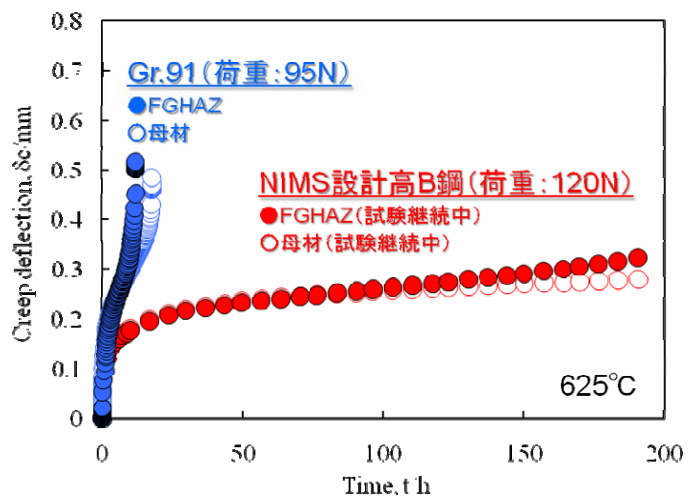
試験片を用いた SP クリープ試験結果を σ_s によって整理することにより、HAZ 局所領域の単軸クリープ破断強度が計測・評価できるものと期待される。

共通試料である Gr.91 および NIMS-9Cr ボロン鋼の TIG 溶接継手の母材 (BM) と HAZ 細粒域 (FGHAZ) より、上述のようにして $\phi 3 \times 0.25$ mm のディスク状試験片を切り出し、同様に SP クリープ試験に供した。両溶接継手の硬さ分布を Gr.92 のものと併せて、図①-4)-42 に示す。Gr.91 の硬さは、Gr.92 および NIMS-9Cr ボロン鋼と比べ溶接金属 (WM) および BM で全体的に低くなっていた。また、Gr.92 と NIMS-9Cr ボロン鋼を比較すると、両者とも硬さは比較的近い値を示したものの、NIMS-9Cr ボロン鋼の HAZ 軟化域の面積は Gr.92 に比べ減少していた。



図①-4)-42 Gr.91、Gr.92、NIMS-9Cr ボロン鋼の Vickers 硬さプロファイル

Gr.91 と NIMS-9Cr ボロン鋼の BM および FGHAZ にて計測された SP クリープ曲線を図①-4)-43 に示す。試験温度は両鋼とも 625°C と同一だが、試験荷重は異なる。なお、NIMS-9Cr ボロン鋼については、BM および FGHAZ とともに未だ破断しておらず、試験継続中である。試験荷重が 120 MPa と Gr.91 の 95 MPa に比べ高いにも関わらず、BM および FGHAZ とともに NIMS-9Cr ボロン鋼の方がクリープ寿命が長く



図①-4)-43 Gr.91 および NIMS 設計高 B 鋼の SP クリープ曲線

なっている。このように、NIMS-9Cr ボロン鋼では、BM のみならず FGHAZ のクリープ強度も従来材 (Gr.91) に比べ大きく向上していることが SP クリープ試験によって確認することができた。

以上に述べたように、 $\phi 3 \text{ mm} \times 0.25 \text{ t mm}$ (TEM ディスク) 形状の極めて小さな試験片を用いた世界最小 SP クリープ試験技術を開発した。本試験法により 8Cr-2W-VTa 鋼の電子ビーム溶接継手の局所クリープ特性を詳細に調査した結果、HAZ 細粒域 (FGHAZ) のクリープ破断強度が最も低いことが明らかとなった。これが低応力側における溶接継手のクリープ強度低下 (Type IV 損傷) と密接に関係しているものと思われた。さらに、本試験法を共通試料である Gr.91 および NIMS-9Cr ボロン鋼の母材 (BM) と FGHAZ に適用した結果、NIMS-9Cr ボロン鋼では、BM のみならず FGHAZ のクリープ強度も従来材 (Gr.91) に比べ大きく向上していることを確認することができた。また、SP クリープ試験結果を標準の単軸クリープ試験結果に変換するための換算式 ($P = 0.46 \sigma_s$) を導くのに成功した。

今後は、過去に取得されたことのない、母材および溶接部の局所領域クリープ強度特性データを、本プロジェクトでの開発材料も含めた各種試料について整備し、長時間強度予測技術開発の一環として組織診断データベース化する必要がある。

①-4) - 3-4 長時間強度予測技術の開発 (新解析法と組織診断プラットフォーム)

設計で必要とされる 10 万時間以上のクリープ破断強度を短時間のデータから正確に予測することは材料開発の面からも材料の安全使用と保守管理の面からも極めて重要である。上述の各種組織パラメータはクリープ進行途上のさまざまな温度-応力-時間の空間の中で複雑に関係しており、組み合わせることで適用することによって材料の特性と劣化・損傷が進行していく将来の正確な予測が可能になる。一方で、短時間加速条件で得られたクリープ破断データから 10 万時間以上の強度予測を行う必要があるが、その手法については一般に TTP 法が用いられる。ここではクリープ破断曲線の折れ曲がりを上記の組織パラメータとも関係するクリープの機構に立脚した新解析法 (領域区分法) を提案する。またクリープデータベースと組織パラメータのデータベースは、組織学的知見に基づいたこれからの高強度材料開発と実プラント環境下における強度予測になくてはならないものであり、その構築についても以下に述べる。

(1) 新解析法 (領域区分長時間強度予測法)

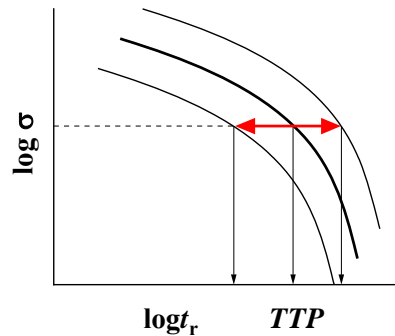
本研究は、高 Cr フェライト系耐熱鋼を対象として、長時間のクリープ強度を高精度で評価する手法の提案を目的とする。その成果は、「650°C、100MPa 級フェライト系耐熱鋼の実験室試作とそのクリープ破断強度評価 (溶接継手強度係数 > 0.7) 」、「組織診断プラットフォームの構築に基づく Factor of 1.2 の高精度クリープ強度予測法の開発」に寄与するものである。

長時間クリープ寿命の推定は、次の手順で行う。(i) 応力 σ -破断時間 t_r 曲線を応力-TTP (時間-温度パラメータ) 曲線に変換し、マスターカーブを作る (図①-4)-44)。TTP としていくつかの式が提案されているが、ここでは次の Orr-Sherby-Dorn(OSD)パ

ラメータを使う。

$$TTP = OSDP = t_r \sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad \text{①-4)-3}$$

ここで n は応力指数、 Q は活性化エネルギー、 R は気体定数、 T は絶対温度である。(ii) 応力を指定すれば、図①-4)-44 に基づいて、TTP の値が推定できる。これを式①-4)-3 に代入すれば、ある温度 T における破断寿命 t_r を評価できる。寿命を高精度で推定するには、マスターカーブの誤差幅を小さくしなければならない。この誤差に影響する因子には、3 つのものがある。(i).ヒート内のばらつき (精度×1.2)、(ii)ヒート間差 (×1.3)、(iii) TTP の不完全さ (×1.3)、合計精度 $1.2 \times 1.3 \times 1.3 = 2.0$ 。TTP の不完全さを克服し (精度×1.0)、ヒート間差を解明する (×1.0) ことにより、誤差幅 1.2 を実現する。



図①-4)-44 応力 - 時間温度パラメータ (TTP) 曲線に基づくマスターカーブの作成とクリープ寿命の推定

クリープデータシートに掲載されている Gr.122 鋼 (10.5Cr-2W-0.4Mo-1Cu-VNb 鋼) のクリープ破断データを図①-4)-45 に示す。図①-4)-45(a)は、破断時間とクリープ応力、(b)は破断時間と試験温度の関係である。式①-4)-3 は、次のように変形される。

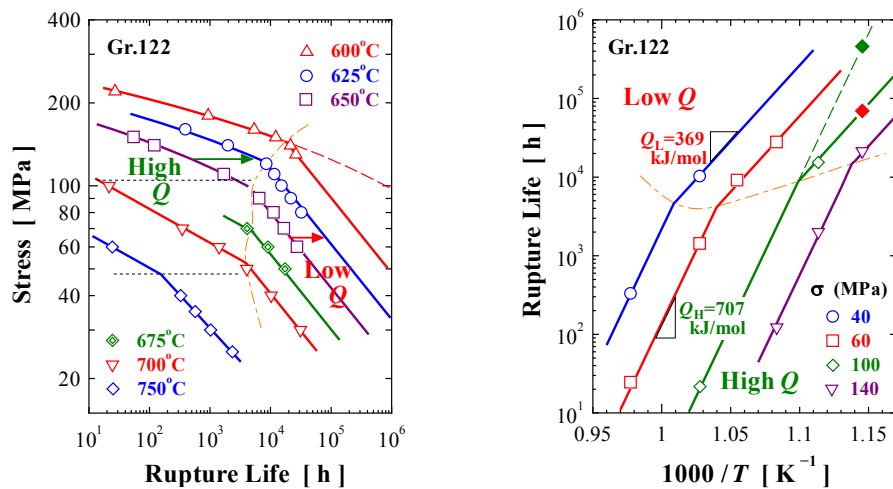
$$\ln t_r = \ln t_0 - n \ln \sigma + Q / RT \quad \text{①-4)-4}$$

式①-4)-3 では、 $\log t_r - 1/T$ 直線の傾きに対応する活性化エネルギー Q は、与えられたクリープ破断データ内では不変であるとして、図①-4)-44 のマスターカーブを得る。しかし、図①-4)-45 の例から明らかなように、短時間側のデータと長時間側のデータは、明らかに異なる Q 値を取る。このようなデータに「 Q は一定」との仮定に基づく従来のデータ解析手法を適用すると、短時間側の Q_H と長時間側の Q_L の中間の Q 値を使って回帰直線を引くことになり、結果としてマスターカーブは広い誤差幅を持つ。高 Cr フェライト鋼では、この活性化エネルギーの変化が、TTP の不完全さの最も重要な具体例であることを明らかにした。

図①-4)-45 の例では、一点鎖線を境として Q 値が変化する。従ってこの線を境界として、クリープデータを区分し、それぞれのデータを別々に式①-4)-3 を使って解析すれば、TTP の不完全さに起因する誤差を除くことができる。これが領域区分法の考え方である。図①-4)-45 中の実線は、領域区分法で得た回帰曲線であり、データ点と回帰曲線のずれはごく僅かで、単一ヒートデータについて精度×1.2 を達成できた。

各ヒートのクリープデータ間にはずれがあることが知られている。このずれがヒート間差に起因する誤差の原因である。ヒート間差は、材料の合金組成、加工履歴、熱処理などがヒート毎に異なることに原因がある。ヒート間差については、他の研究グ

ループが検討を行っており、その成果と総合して、多ヒートデータで精度×1.2 を達成する。



図①-4)-45 Gr.122 鋼のクリープ破断時間の(a)応力および(b)温度依存性。一点鎖線より長時間と短時間のデータを領域区分して解析し、実線の回帰曲線を決定

9～12%のCrを含む先進高Crフェライト鋼は、1100℃付近で焼ならし処理後に空冷すると、マルテンサイト変態し、ラスマルテンサイト組織となる。この材料は780℃付近で焼戻した後に使用する。この焼戻し中にラスマルテンサイト組織の回復が進行し、高Crフェライト系耐熱鋼のラスマルテンサイト組織は、ある程度は熱安定性を増している。焼戻し条件を770℃、2hとすると、この間に原子が自己拡散する平均距離は次の値となる。

$$\text{平均拡散距離} = \sqrt{2Dt} = 0.8 \mu\text{m} \quad \text{①-4)-5}$$

ここで D は鉄の自己拡散係数、 t は焼戻し時間である。この拡散距離の大小が、焼鈍中の材料組織変化（組織安定化）の程度を決める。

式①-4)-5 で与えられる拡散距離は、数個のラスを横切る程度で、結晶粒径（旧 γ 粒径、パッケージ径）に比べればはるかに短い。ラスマルテンサイト組織は、焼戻しによって一部安定化されるが、完全な熱平衡状態には達していない。そのため、長時間の焼鈍をして $1 \mu\text{m}$ をはるかに越える長距離の拡散が起きれば、ラス組織の更なる回復が進行する。実際にも 650℃、10000h の焼鈍後（ $\sqrt{2Dt} = 3.4 \mu\text{m}$ ）にはラス幅の明瞭な増大とラス内転位密度の低下が確認された。

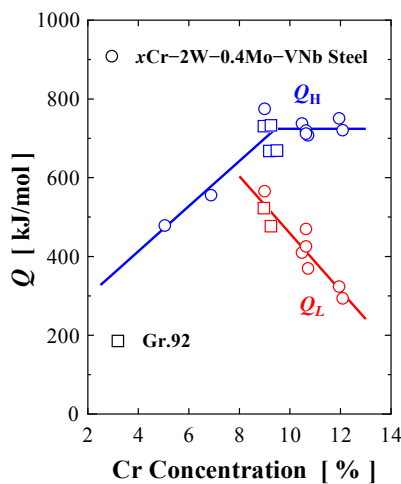
ラスマルテンサイト組織の静的回復は、室温で測る硬度の低下を引き起こす。一方、静的回復は、材料強度を支えていたラスマルテンサイト組織を取り除き、早期にクリープ破断が起きる。早期破断は低温ほど顕著になるため、見かけ上 Q 値が低下する。なお、一定長さの潜伏期の後に静的回復が始まるので、硬度低下や Q 値の低下は、あ

る時間から急激に始まる。そして、硬度低下と Q 値低下の開始点がよく一致することが、実験的に確認されている。

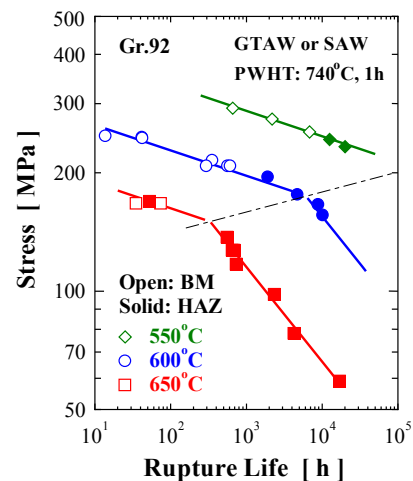
クリープデータをプラットフォームとして利用する際には、データを定式化しておくことが必要である。組成の異なる材料、母材と溶接継手のデータなど、様々なデータを統一的に定式化する方法論を考えることは、プラットフォーム構築の出発点である。そこで領域区分法による定式化結果を検討し、種々の材料、母材と継手を統一的に記述する方法論を提案した。領域 H と L の $t_r - \sigma$ 曲線をそれぞれ定式化しておけば、種々の材料で領域間の境界の出現場所を予測することも可能となる。

種々の Cr 量を含む Gr.122 系の材料のクリープ破断データを領域区分法で解析し、その結果をまとめて図①-4)-46 に示す。約 8%Cr までは、1つの Q 値を示す領域しか観察されなかった。この領域では、高 Cr ほど Q 値が増加する。8%を超える Cr 濃度域では、 Q 値の異なる 2つの領域が出現する。 Q_H の値は Cr 濃度に依存しない。一方、 Q_L の値は、高 Cr ほど小さくなる。この図には、Gr.92 鋼の解析結果も含まれており、全ての高 Cr 鋼が同じ挙動を示すことが分かる。この結果は、全ての材料の挙動を Cr 濃度の関数として統一的に記述できることを示してくれる。

図①-4)-47 に Gr.92 鋼溶接継手のクリープ応力-破断時間曲線の 1 例を示す。溶接継手のクリープでも、2つの活性化エネルギー Q_H と Q_L をとる領域が存在する。図中で塗りつぶした記号は溶接 HAZ 部で、白抜き記号は継手母材部で破断したことを示す。 Q 値の大きい領域 H では母材で、 Q 値の小さい領域 L では HAZ 細粒部で破断したことが分かる。以上から、破壊機構が HAZ 部の Type IV 破壊となることが溶接継手のクリープでの Q 値低下の原因であると結論される。

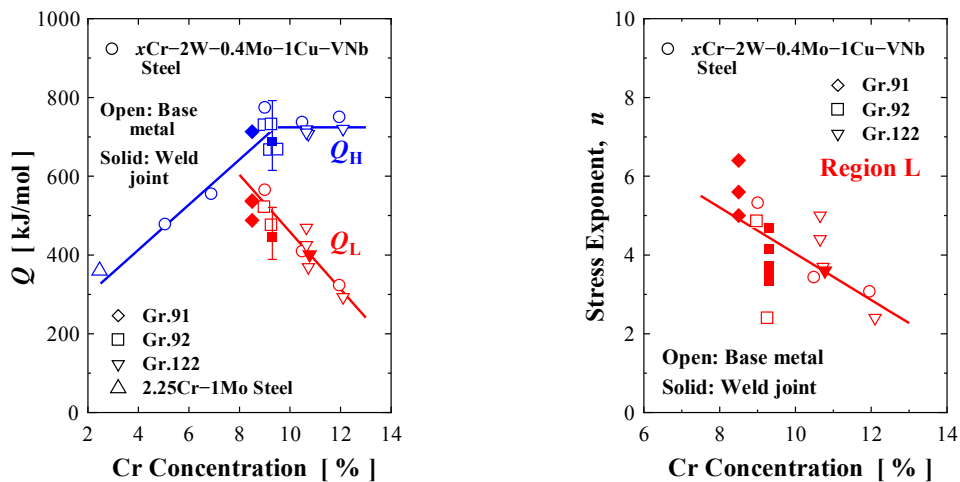


図①-4)-46 Q_H と Q_L の値の Cr 濃度による変化



図①-4)-47 Gr.92 鋼溶接継手の応力-破断時間曲線

図①-4)-48に Q_L と Q_H の値および n 値とCr濃度の関係を示す。なお、白抜き記号は母材試験片の結果で、図①-4)-46に示したものである。塗りつぶし記号は、溶接継手試験片で得た結果である。図から明らかなように、母材部で破壊する領域Hはもちろんであるが、長時間クリープ挙動評価で重要となる領域Lでも、 Q 値と n 値は、継手と母材で同一の値をとることが明らかになった。このことは、式①-4)-4に母材の Q および n 値を代入すれば、溶接継手の破断寿命も推定可能になることを示す。ただし領域Lにおける溶接継手の t_0 の値は小さく、溶接継手は母材より早期に破断する。なお、溶接継手と母材の領域Lでの Q と n 値が同一であるので、継手のクリープデータも式①-4)-3に基づいて統一的に記述できる。



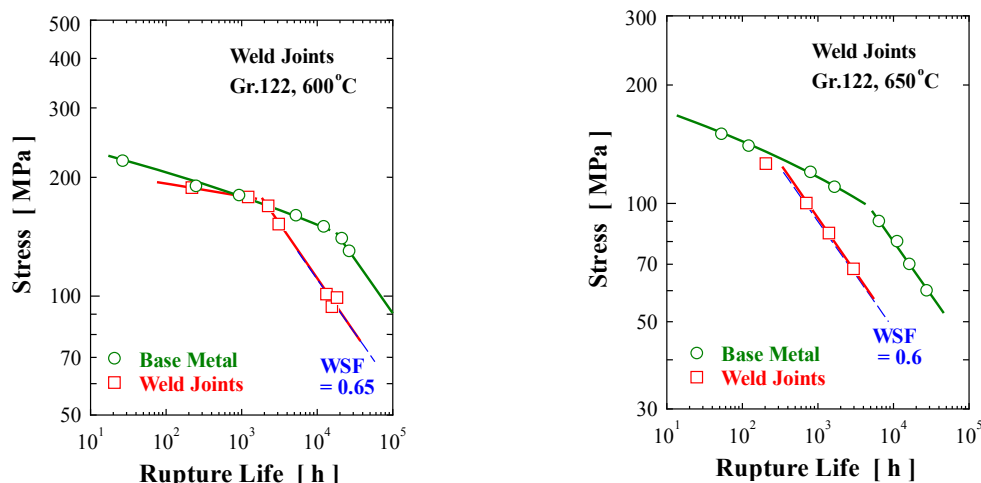
図①-4)-48 高Crフェライト系耐熱鋼における式①-4)-3の
(a)活性化エネルギー Q と(b)応力指数 n のCr濃度依存性

溶接継手を含む構造物では、母材強度に溶接強度係数 (Weld Strength Factor, W_{ST}) をかけた値に基づいて設計が行われる。 W_{ST} は次のように定義される。

$$W_{ST} = \frac{\sigma_{rW}(t_r, T)}{\sigma_{rB}(t_r, T)} \quad \text{①-4)-6}$$

ここで σ_{rW} と σ_{rB} は、温度 T でクリープ破断時間が t_r となる溶接継手と母材のクリープ破断応力である。Gr.122鋼母材と溶接継手のクリープ応力-破断時間曲線を比較して図①-4)-49に示す。図中の実線は領域区分解析で決めた回帰曲線である。長時間側の強度急減域(領域L)では、母材と溶接継手の $\log\sigma - \log t_r$ 曲線が互いに平行であることから、母材と継手の領域Lどうしで比較すれば W_{ST} の値が t_r に依存しない一定値となることを明らかにした。

最後に、10~100万時間範囲におけるクリープ挙動には未解明な部分が多く、その解明には、この時間範囲のクリープデータ、組織変化などに関する情報の収集が強く望まれる。



図①-4)-49 Gr.122 鋼での母材と溶接継手のクリープ応力-破断時間曲線の比較。
(a) 600°C、 (b) 650°C

(2) 組織診断プラットフォーム

10 万時間以上の長時間クリープ強度を Factor of 1.2 の高精度で予測するために上述のようなクリープ機構に立脚した新しい解析法によってクリープ破断データの評価を行うことは有効であるが、そのためのデータベースの構築とデータの評価と選択のためには組織学的な裏付けが必要である。すなわち、母材部を含む溶接継手のクリープ特性と組織劣化パラメータをリンクできるプラットフォーム構築のための材料基盤が確立されれば、長時間強度の正確な予測とともにこれからの高強度鋼開発に極めて有力なツールが提供できる。

また、前述の長時間強度予測のための先進的な組織パラメータデータの有用性を保証し、それらをデータベース化するためにも既存データのナノ組織因子解析とクリープ劣化損傷過程の定量評価を行うことが必要であり、これらの研究結果をもとにクリープデータベースとプラットフォームを構築し、実プラント環境下における強度予測技術の開発を行う。

高 Cr フェライト系耐熱鋼は、要求されるクリープ強度を発現させるために化学成分範囲や熱処理条件が厳しく制限されている。一方、クリープ強度は材料に含まれる化学成分、熱処理条件および構成相、つまり材料のミクロ組織の影響を受けるために、規格に規定された化学成分範囲内の材料であってもヒート毎に異なりばらつきを有する。したがって、クリープ破断強度に及ぼす化学成分や構成相などの影響に関する詳細な知見が得られれば、この種の材料の合金設計指針の確立および精度の高いクリープ強度予測に寄与できる。

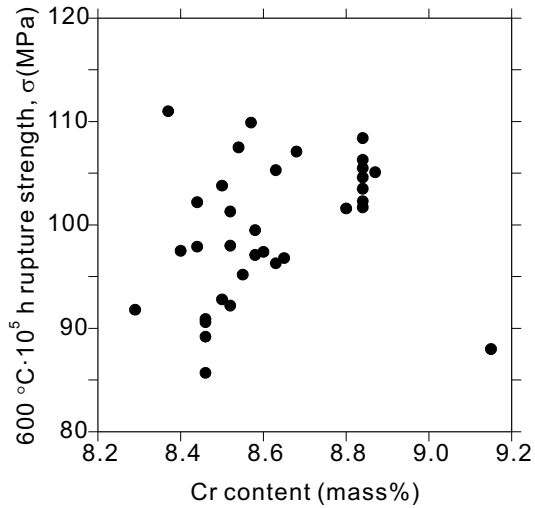
本研究では、Gr.91 鋼を対象とし、組成（化学成分）、熱処理（プロセス）、組織（相の種類、量、組成）、機械的性質等の材料設計条件（ナノ組織因子）とクリープ破断強度との関係について、これまでに得られたデータベースおよび最新の文献データに加えて、熱力学計算システムを用いた相平衡計算結果に基づいて解析し、因果関係を

明らかにする。

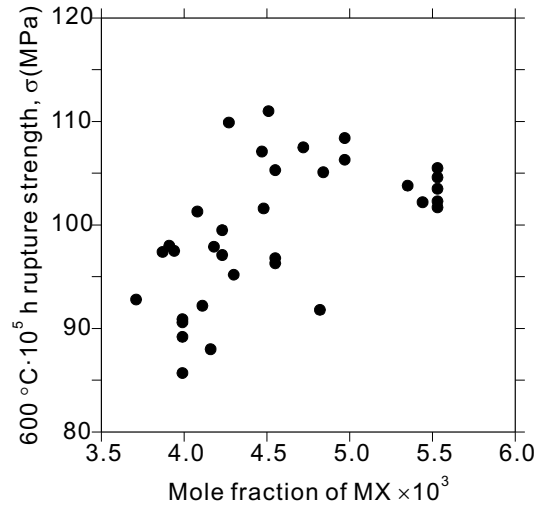
Gr.91 鋼について、社団法人日本鉄鋼協会の高温度変形特性データ集^{①-4)-20} に収録されているクリープデータ（ヒート数 34）を用い、Larson-Miller パラメータ法に基づいた 2 次の多項式によって 600 °C、10⁵ h クリープ破断強度を推定した。600 °C における各ヒートの構成相については、SGTE データベース^{①-4)-21} を用いた熱力学平衡計算により評価した。なお、NaCl 型構造を有する炭窒化物 MX の Nb-rich 炭化物 NbX と V-rich 窒化物 VX への 2 相分離を考慮するために一部熱力学パラメータ^{①-4)-22} を追加した。化学成分および構成相に加えて、熱処理条件および引張強度データについてもクリープ破断強度との関連の検討に用いた。

一例として、Cr 量、MX 量 (VX と NbX の総量)、VX と NbX 析出量比 (VX/NbX)、および Mo の M₂₃C₆ と bcc (マトリックス) への分配比とクリープ破断強度との関係を図①-4)-50-図①-4)-53 にそれぞれ示す。Cr 量については 9 mass% までの範囲では含有量が増加するにつれてクリープ破断強度が増加することが分かる。MX については、その析出量が増加するほどクリープ破断強度が増加する傾向を示すが、この鋼種のクリープ強度の主な支配要因が炭窒化物 MX の析出強化であることを表している。VX/NbX については、その値が大きいほどクリープ破断強度が高いことが分かる。ラス内部に析出する MX については、調質処理後には NbX と VX に相分離し、球状の NbX に隣接して VX が析出することが知られている (V-Wing と呼ばれる) が^{①-4)-23、①-4)-24}、この VX は同じ体積でも球状の NbX よりも広く転位と相互作用できるために析出強化能が高いとされている。したがって、同じ結晶構造を有するが異なる形態の NbX と VX の 2 つの MX の析出において、VN の析出量が多いほうが、クリープ破断強度が高くなるのではないかと考えられる。Mo の M₂₃C₆ と bcc (マトリックス) への分配比とクリープ破断強度との関係を示すが、この結果は Mo がマトリックスよりも M₂₃C₆ 中へ固溶した方がクリープ破断強度は高くなることを示している。先進高強度耐熱鋼においては、粒界に析出した M₂₃C₆ がクリープ進行に伴って粗大化することによりマルテンサイトラス組織のサブグレイン化が起こるが、拡散の遅い Mo がマトリックスよりも M₂₃C₆ に多く固溶することで粗大化が抑制される結果、高いクリープ破断強度を示すのではないかと考えられる。

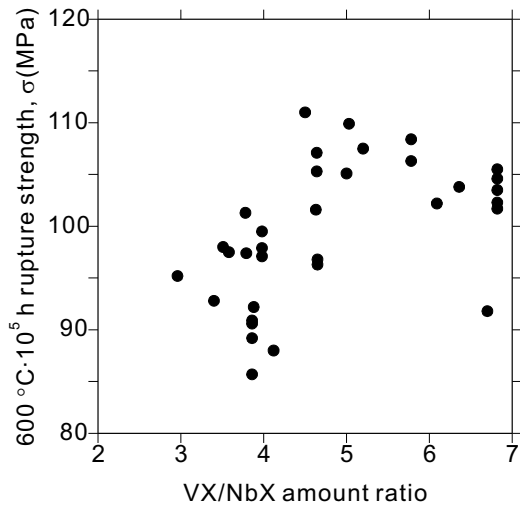
ところで、Mo は固溶強化能を有する合金元素であるため一般的にはマトリックスへの固溶量が多いほど強度が高くなると考えられているが、本研究では、bcc (マトリックス) 中の Mo 含有量が増加するにつれてクリープ破断強度が低下するという逆の傾向が得られた。一方でフェライト系耐熱鋼の強化因子としては固溶強化よりも析出強化の方が支配的であるとの報告がなされている^{①-4)-25}。ここで、マトリックス中の Mo 量と MX 析出量との関係については、マトリックス中の Mo 含有量が増加するにしたがって MX 析出量が減少することが分かる。したがって、本研究で得られた Mo 含有量のクリープ破断強度に及ぼす影響については、Mo 量の増加による固溶強化の効果ではなく、析出強化を担う MX の析出量を減少させてしまう効果を示していると考えられる。



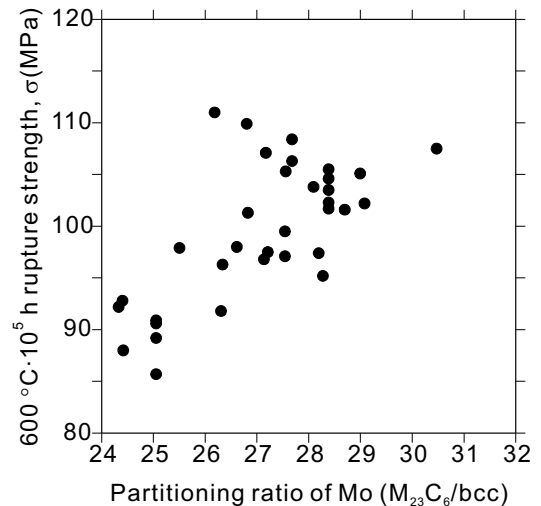
図①-4)-50 Cr量とクリープ破断強度との関係



図①-4)-51 MX量とクリープ破断強度との関係



図①-4)-52 VX/NbX とクリープ破断強度との関係



図①-4)-53 Mo 分配比(M₂₃C₆/bcc)とクリープ破断強度との関係

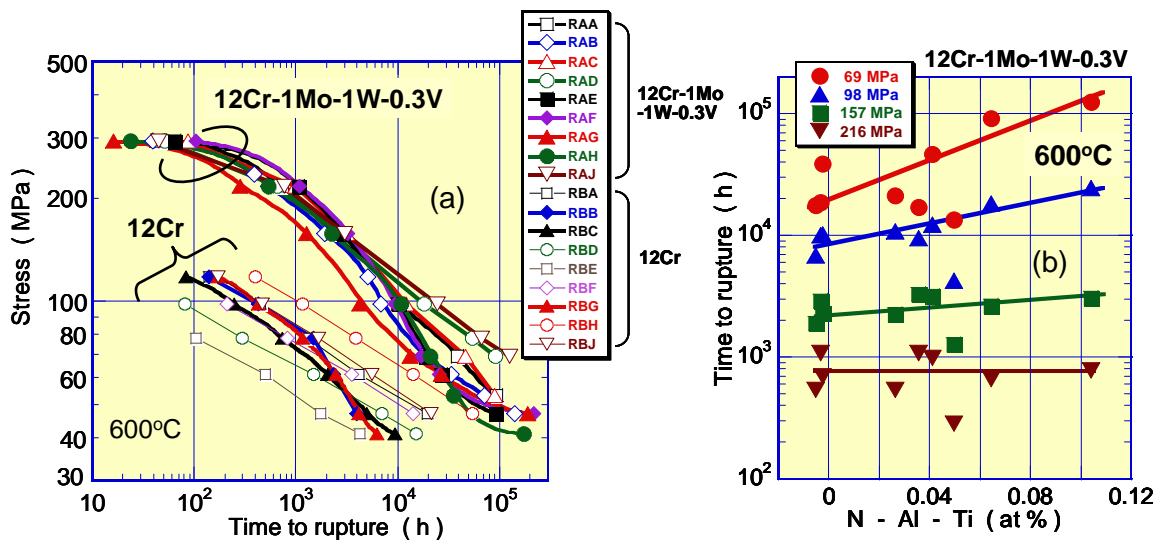
実環境の低応力長期使用条件でクリープ寿命を決定づける組織劣化因子を明確にするるとともに、プラットフォームでデータベース化する金属因子を明確にすることを目的に、10万時間を超える長時間データが得られているNIMSクリープデータシートのうち本プロジェクトの材料に近い、高強度フェライト鋼の12Cr鋼(12Cr-1Mo-1W-0.3V鋼、SUH616)および高強度オーステナイト鋼のSUS347HTB鋼(18Cr-12Ni-Nb)について、クリープ寿命のヒート間差の原因を検討した。

図①-4)-54(a)に示すように、低応力長時間域では最強ヒートと最弱ヒートの間でクリープ破断時間が1桁程度も異なる。検討の結果、ヒート間差を生じる原因として、初期強度、不純物Al、Ti、N濃度、Cr濃度が挙げられる。初期強度が大きいと、熱処理後に残留する転位密度が高く、クリープ中の組織回復・弱化を加速する。不純物のAlや

Ti は、AIN やTiN を形成し、窒素の強化作用を低減させるためクリープ寿命を劣化させ、また、材料規格で定められたCr濃度範囲内であってもCr 濃度が高いと長時間クリープ強度が劣化することが明らかになった。不純物Al, Ti, Nの効果は、AIN やTiN を形成していない有効窒素濃度(= N - Al - Ti)で整理できる (図①-4)-54(b)) 。

高強度オーステナイト鋼の SUS347HTB 鋼のクリープ寿命のヒート間差は、粒界 $M_{23}C_6$ の密度や粒界すべりに影響を及ぼすボロン濃度で整理できることが明らかとなった。

今後は、以上の成果および実施中のその他の鋼種についてのデータ解析によってデータベースを確立し、「溶接継手のクリープ特性と組織劣化パラメータをリンクできるプラットフォームの構築」を達成する。



図①-4)-54 (a) 高強度 12Cr-1Mo-1W-0.3V 鋼、12Cr 鋼の 600°C におけるクリープ破断データ、および、(b) 破断寿命と有効窒素濃度(= N - Al - Ti)との関係

高 Cr フェライト系耐熱鋼のクリープ劣化損傷過程の定量評価については、実プラント環境を考慮した母材、HA Z および塑性加工成型部を対象とし、クリープ中断および破断試験片の階層的硬さ測定および電気抵抗測定によるクリープ劣化損傷過程の定量評価を行うとともに、既存の組織診断データおよび新組織診断データベースに基づいたクリープ強度予測プラットフォームを構築する。

まず、表①-4)-2 に示す Gr.91 鋼 (T91 (ヒート A)) のクリープ中断・破断および熱時効材の硬さ測定の従来結果^{①-4)-26} について、解析を行った。図①-4)-55 は、Gr.91 鋼 (T91 (ヒート A)) の加熱時効材と母材・溶接部のクリープ試験材 (中断材含む) における硬さ測定結果を Larson-Miller パラメータを変数として示したものである。この図における溶接部のデータについては、熱影響部の最小硬さを示している。加熱時効材 (550°C から 675°C の温度範囲で 25°C 毎の温度で最長 30000h) の場合、硬さの低下量は最大でも 10% 未満であり、軟化曲線の勾配は緩やかである。また、クリープ試験片の掴み部の硬さも加熱時効材の軟化曲線上にある。これに対して、クリープ試験片の

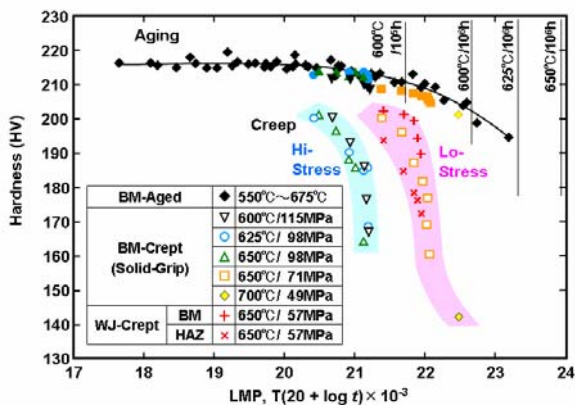
平行部の軟化量は極めて大きく、クリープの過程で著しい軟化が生じる。そして、軟化の過程は Larson-Miller パラメータに対して2つのグループに分けられ、98 MPa 以上の試験材はパラメータ値が低く、71 MPa 以下の試験材はパラメータ値が高くなっており、破断材の硬さは負荷応力が小さいほど低い値を示す。

クリープ破断に至るまでの任意の寿命比で測定されたクリープ試験材の母材部および溶接熱影響部における硬さ (H) を初期の硬さ (H₀) を基準にした硬さ比 (H/H₀) として寿命比 (t/t_R) に対してプロットすると図①-4)-56 が得られる。これを見ると、両者の間には母材、溶接部ともに寿命比 0.2 から 0.9 の範囲で明瞭な一本の直線関係が認められ、それは以下の式で表すことができる。

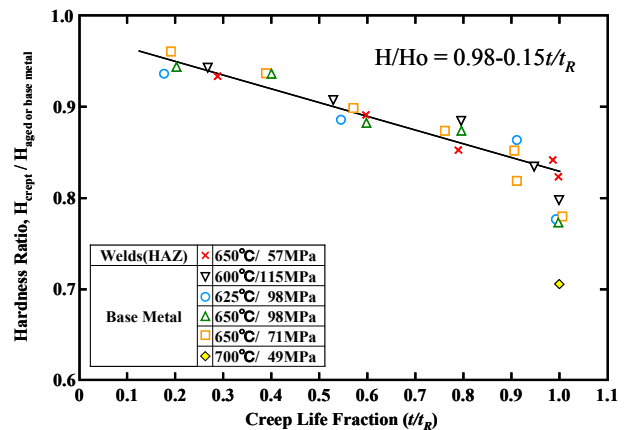
$$H/H_0 = 0.98 - 0.15t/t_R \quad \text{①-4)-7}$$

表①-4)-2 供試材の化学成分 (mass%)

| | C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr | Mo | W | Nb | V | N | B | Al |
|----------------|-------|------|------|-------|--------|--------|------|------|------|-------|-------|--------|--------|--------|
| T91 (ヒート A) | 0.10 | 0.24 | 0.43 | 0.007 | 0.002 | 0.07 | 8.50 | 0.94 | - | 0.075 | 0.189 | 0.0437 | - | - |
| T91 (ヒート B) | 0.09 | 0.26 | 0.44 | 0.014 | 0.0006 | 0.13 | 8.28 | 0.88 | - | 0.068 | 0.2 | 0.044 | - | 0.01 |
| T92 | 0.087 | 0.26 | 0.49 | 0.009 | 0.003 | <0.002 | 9.06 | 0.48 | 1.74 | 0.059 | 0.20 | 0.042 | 0.0019 | <0.002 |



図①-4)-55 改良 9Cr 鋼 (ヒート A) の硬さの加熱時効およびクリープによる変化



図①-4)-56 改良 9Cr 鋼 (ヒート A) のクリープ寿命比と硬さ比との関係

また、表①-4)-2 に示す Gr.91 鋼 (T91 (ヒート B)) の母材、W 強化 9%Cr 鋼 (T92) の母材および溶接継手のクリープ中断試験片および破断試験片 (温度範囲: 625-700°C、応力: 70-125MPa) を作製し、硬さ測定および電気抵抗測定を行った。硬さ測定については、ヒート A と同様な寿命比と硬さ比および Larson-Miller パラメータと硬さとの

関係性が得られている。また電気抵抗測定については、損傷部の電位差と無負荷部の電位差との比（電位差比）と寿命比との関係性が得られている。硬さ測定および電気抵抗測定ともに現在継続中であるが、硬さ測定および電気抵抗測定によるクリープ損傷劣化過程の定量評価技術を確立しつつある。さらに、硬さ測定後の圧痕形状プロフィールと組織劣化・クリープ寿命との関連性を示唆する世界初のデータを取得した。

図①-4)-56 から得られたクリープおよび熱時効による硬さ低下量を Larson-Miller パラメータを変数として示すと図①-4)-57 で示されるように、硬さ低下量の対数は Larson-Miller パラメータに比例することがわかる。なお、赤線、青線および黒線は、それぞれ高応力クリープ試験、低応力クリープ試験、および熱時効試験についての硬さ低下量を示し、以下の式で表わされる。

$$\ln \Delta H = \ln \Delta H_0 + K_s \times (\text{LMP}) \quad \text{①-4)-8}$$

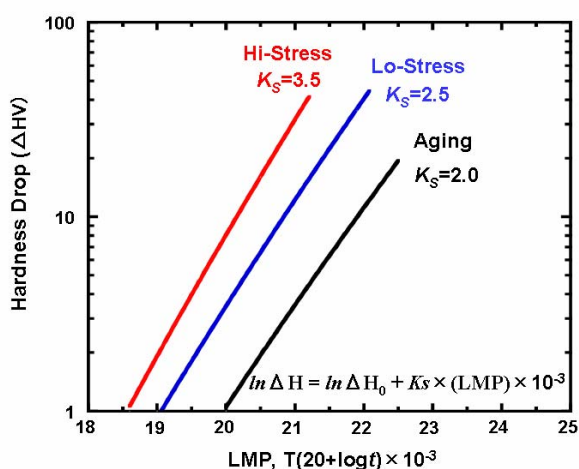
ここで、 ΔH および ΔH_0 は、それぞれ硬さ低下量および初期硬さ低下量である。 K_s は係数で、高応力では 3.5、低応力では 2.5、熱時効では 2.0 であった。LMP は、 $T(20 + \log t)$ で表わされる Larson-Miller パラメータで、 T および t はそれぞれ絶対温度および時間 (hour) である。

ここで、 $\ln \Delta H_0$ を 0 とみなし、式①-4)-8 と上式から以下の式が得られる。

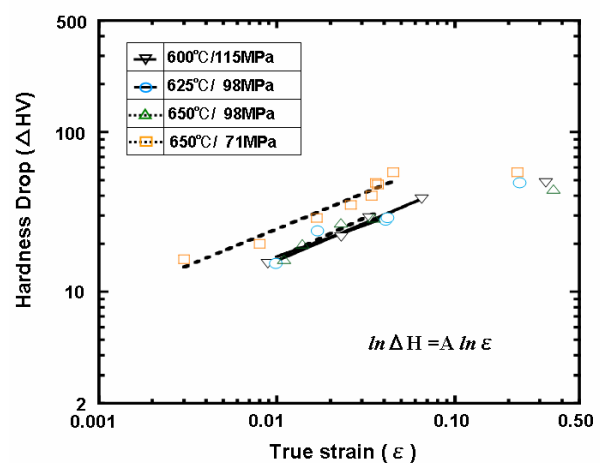
$$t/t_R = 1/0.15(0.98 - H/H_0) = 1/0.15 \{0.98 - H/\{H + \exp(K_s \times T(20 + \log t))\}\} \quad \text{①-4)-9}$$

この式から、初期硬さ H_0 の値が与えられなくても、測定した硬さ値、絶対温度、および操業時間が分かれば、クリープ寿命比が分かることになる。

図①-4)-58 は、硬さ低下量に及ぼすクリープ真ひずみの影響を示す。この図から、低応力条件における硬さ低下量は、高応力条件の場合のそれよりも大きいことがわかる。このことは、弾性限以下あるいは多軸応力条件下では、応力誘起軟化によってより大



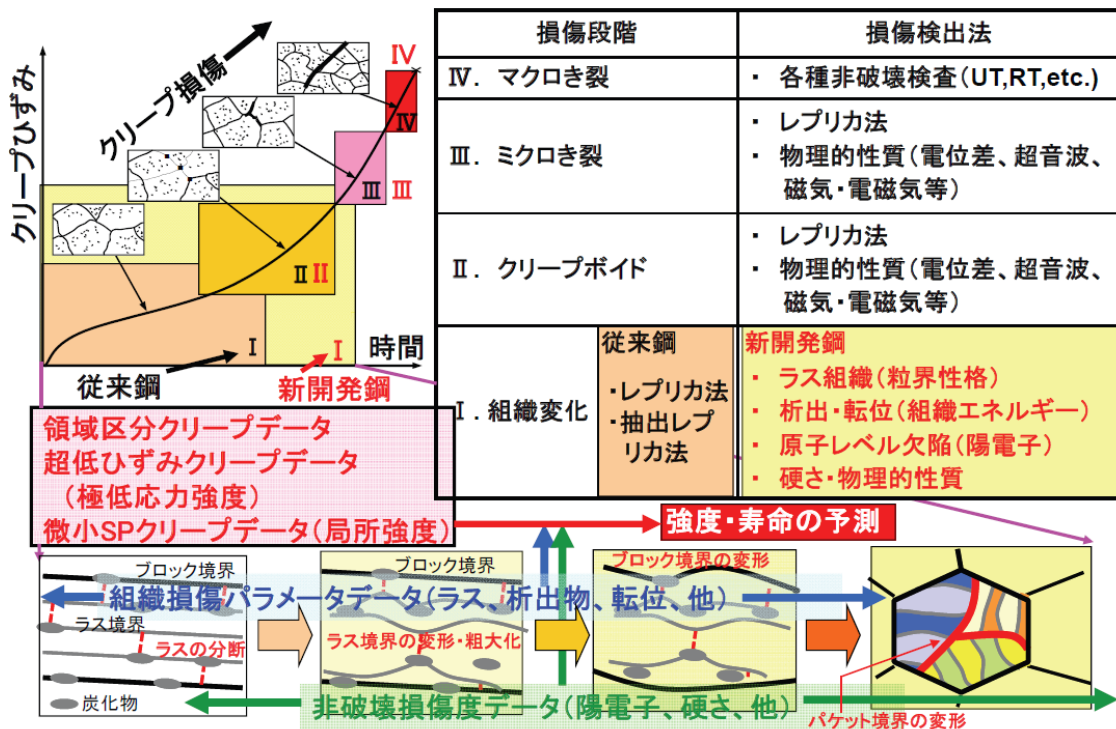
図①-4)-57 Larson-Miller パラメータと高応力クリープ、低応力クリープおよび熱時効による硬さ低下量との関係



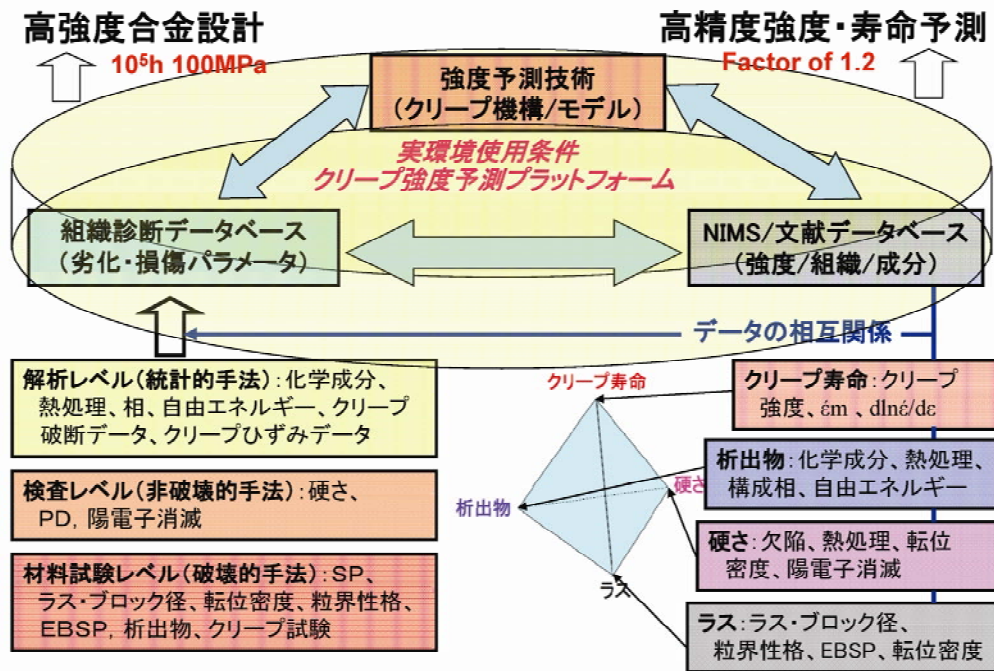
図①-4)-58 硬さ低下量とクリープ真ひずみとの関係

きな硬さ低下を示すことを意味している。高応力および低応力条件下で得られたクリープ試験における実際の寿命比と式①-4)-9に基づいた予測寿命比との間には、概ねよい一致が得られることを確認している。

上述したような硬さを損傷パラメータとしたクリープ寿命予測技術については、クリープ劣化・損傷の現象が非常に複雑なために、その素過程との対応が明らかではない。しかしながら、文献等でもすでに明らかになっているようにクリープ劣化・損傷とラス組織や析出物の挙動・安定性が直接関与していると考えられている。したがって、本プロジェクトで得られる組織診断データ群（微小・超低ひずみクリープ試験、組織自由エネルギー、転位密度、陽電子消滅、局所結晶方位、硬さ、電気抵抗等）および高精度クリープ強度予測技術および既存のデータ群（強度/組織/成分）の相互関係（図①-4)-59）を明らかにしたデータベースをもとに、図①-4)-60に示すようなクリープ強度予測プラットフォームの構築を図っている。



図①-4)-59 プラットフォームデータベースの相互関係



図①-4)-60 高精度クリープ強度予測プラットフォームの構築

①-4) - 4 まとめ

溶接継手特性に優れた耐熱鋼の合金設計指針提示と長時間クリープ強度予測法の研究開発を目的として、次の中間目標および最終目標を設定し、以下の成果が得られた。

中間目標：

- ・溶接継手クリープ強度係数 0.7 以上、3 万時間クリープ強度 100MPa の 700℃級耐熱材料の合金設計指針の提示
- ・溶接継手のクリープ特性と組織劣化パラメータをリンクできるプラットフォームの構築

最終目標：

- ・溶接継手クリープ強度係数 0.7 以上、10 万時間クリープ強度 100MPa の 700℃級プラント用耐熱材料の合金設計指針の提示
- ・破断時間推定精度 Factor of 1.2 の高精度クリープ強度推定法の提案

<成果まとめ>

1. 溶接継手クリープ強度係数 0.7 以上、3 万時間クリープ強度 100MPa の 700℃級耐熱材料の合金設計指針を世界で初めて明確化し、中間目標の達成に目処を得た。
 - (1) 650℃用フェライト系耐熱鋼として、高B低Nと粒界強化モデルを提案し、固溶BとMX相の析出制御で母材強度を向上、B/N比最適化で溶接継手部強度係数 0.7 以上、かつ 650℃、3 万時間クリープ破断強度 100MPa の中間目標を達成見込み
 - (2) 700℃用オーステナイト系鋼として、金属間化合物粒界析出強化鋼

(18Cr-30Ni-3Nb 鋼) を提案し、平行相を用いた粒界析出制御による設計指針を確立、700°C、3 万時間クリープ破断強度 100MPa の中間目標を達成見込み

2. 溶接継手のクリープ特性と組織劣化パラメータをリンクできるプラットフォームプロトタイプを提案し、中間目標の達成に目処を得た。

(1) 組織パラメータによる新劣化診断法として、

- ・溶接継手部のクリープ強度低下を組織自由エネルギーの時間変化として数値化に成功し、新しい組織劣化パラメータを提示
- ・局所方位解析による新しい組織劣化診断技術を確立するとともに極低ひずみ速度バネクリープ試験機（従来の 1/10 のクリープ速度）を完成し、実機応力を模擬できるクリープ変形評価法を構築
- ・陽電子消滅法を用いて、世界初のクリープ損傷高温その場モニタリング装置を開発し、新しいクリープ特性評価法を確立
- ・φ3mm X t0.25mm の極小試験片を用いた世界最小スモールパンチ試験装置を開発し、溶接継手局所組織に対応したクリープ特性評価法を確立

(2) 新強度予測法と強度評価データベースによるプラットフォーム構築として、

- ・長時間クリープ強度の過大評価原因を組織変化の速度論から解明し、寿命推定精度 Factor of 1.2 を達成する方法論を提案
- ・既存鋼の強度機能安定性に及ぼす組織因子を解明するとともに、クリープ劣化損傷過程の定量評価を行い、組織診断プラットフォームのアルゴリズムを提案し、プロトタイプを完成

①-4) - 5 最終目標に向けた今後の取組み

最終目標の達成のための課題は、次の 2 点である。

- (1) 700°C 級プラント用耐熱材料の合金設計のための 10 万時間、100MPa の強度達成
- (2) Factor of 1.2 の高精度クリープ強度推定のための組織診断プラットフォームの完成

これらの課題解決のための具体的な道筋は次のとおりである。

(1) の課題に対し、

- ・650°C 用フェライト系鋼については、これまでに開発した 9Cr 鋼 (B、N 制御) の長時間クリープ試験とクリープ中の組織解析による組織安定化指針の確立
- ・700°C 用オーステナイト系鋼については、長時間クリープ試験の継続実施による 10 万時間強度の推定と組織解析結果に基づく組織制御を駆使した粒内・粒界強度のバランスの最適化

(2) の課題に対し、

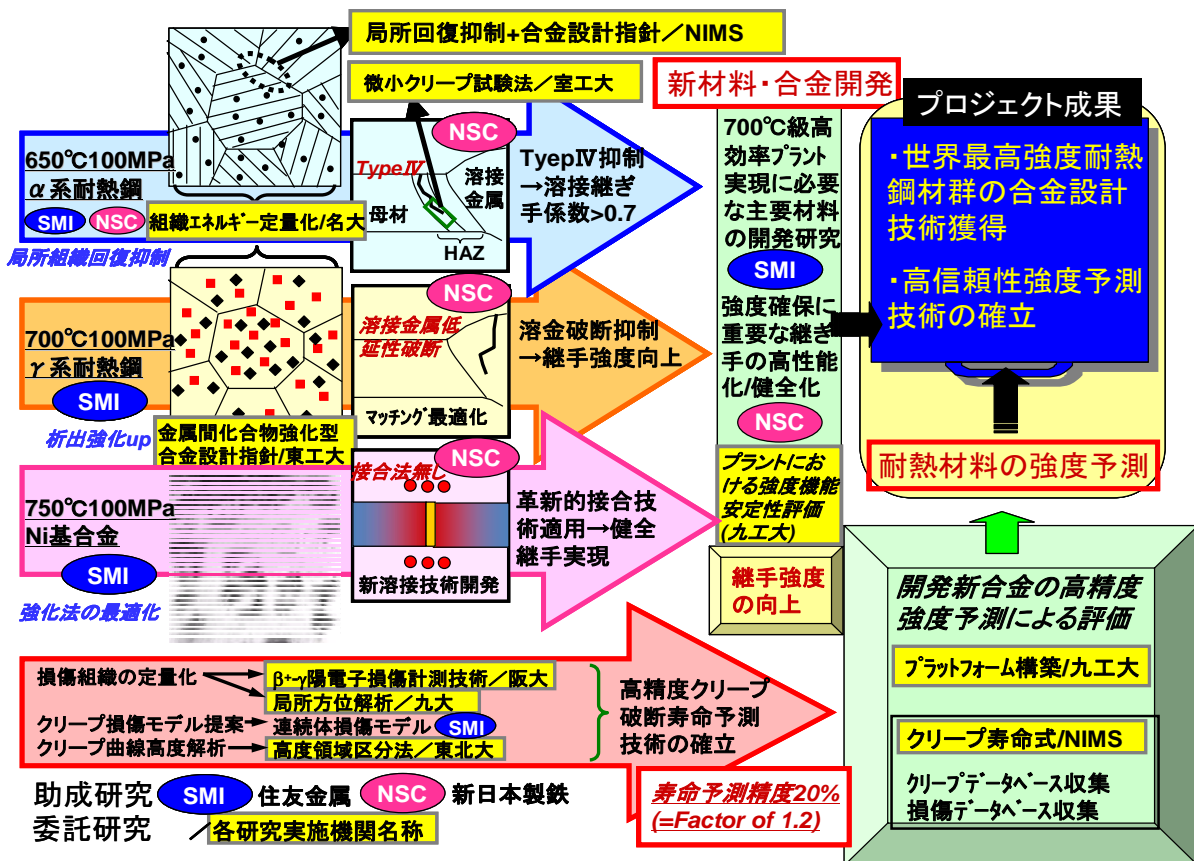
- ・対象材料・対象条件の拡大・蓄積によるデータベース (組織自由エネルギー、局所方位解析、陽電子消滅寿命、スモールパンチクリープデータ) の拡充
- ・組織と強度のリンクのための高性能ソフト開発と試行 (領域区分法による強度推定を含む)
- ・パラメータの相互関係を明瞭にする検量線ダイヤグラムの開発・作成 (共通試

料のデータによる各種方法の最適組み合わせ法の開発、既存鋼、開発合金の極低ひずみ速度クリープ変形機構データ、高温その場クリープ損傷データ、機能安定性の評価データの合金設計への反映)

- ・データベースを用いた Factor of 1.2 の実証解析(助成研究成果のフィードバック)

補足

高温クリープサブテーマの構成ー委託・助成研究の相関・役割分担ー



参考文献

- ①-4)-1 田淵正明, 近藤雅之, 本郷宏通, 渡部 隆, 殷 福星, 阿部富士雄: 材料, 54 (2005), 162.
- ①-4)-2 竹山雅夫: 金属, 76 (2006), 743.
- ①-4)-3 竹山雅夫: 第 194・195 回西山記念技術講座「CO₂削減に向けた耐熱鋼高温化の最近の進展」, 日本鉄鋼協会, (2008), 1.
- ①-4)-4 Phase Equilibria in Iron Ternary Alloys, eds. by G. V. Raynor and V. G. Rivlin, The Institute of Metals, (1988).
- ①-4)-5 T. Sugiura, S. Ishikawa, T. Matsuo and M. Takeyama: Materials Science Forum, 561-565 (2007), 435.
- ①-4)-6 杉浦友章: 修士論文 (2008), 東京工業大学
- ①-4)-7 長谷部優作, 石川茂浩, 松尾孝, 竹山雅夫: 第 67 回日本熱処理技術協会講演大会概要集, (2009), 13.

- ①-4)-8 橋詰直也, 高田尚記, 松尾孝, 竹山雅夫: 学振第 123 委員会研究報告, **49** (2008), 151.
- ①-4)-9 倉田桂一, 高田尚記, 松尾孝, 竹山雅夫: 学振第 123 委員会研究報告, **49** (2008), 379.
- ①-4)-10 田中秀雄, 村田正治, 上平一茂, 山崎政義, 木村一弘, 阿部富士雄: 学振第 123 委員会報告書, **47** (2006), 31.
- ①-4)-11 R. Viswanathan, J. Singeldecker, J. Hawk and S. Goodstein: Proc. ECCC Conf., eds. by I. A. Ashibi and S. R. Holdsworth, (2009), 31.
- ①-4)-12 T.Kunieda, M.Nakai, Y.Murata, M.Morinaga and T.Koyama: ISIJ Int., **45** (2005), 1909.
- ①-4)-13 K.Takeda, K.Yamashita, Y.Murata, T.Koyama and M.Morinaga: Mater. Trans., **49** (2008), 479.
- ①-4)-14 牧正志, 田村今男: 鉄と鋼, **67** (1978), 852.
- ①-4)-15 池田貞雄, 松井敬, 富田幸弘, 馬場善久: 統計学, 内田老鶴圃, 東京, 1991.
- ①-4)-16 白井泰治: まてりあ, **37** (1998), 61.
- ①-4)-17 P. Chalermkarnnon, 柚賀正雄, 中田智, 岸本俊二, 荒木秀樹, 白井泰治: RADIOISOTOPES **50** (2001), 576.
- ①-4)-18 P.Chalermkarnnon, 河口恭寛, 荒木秀樹, 白井泰治: 日本金属学会誌, **66** (2002), 1293.
- ①-4)-19 S. Komazaki, T. Kato, T. Nakata, A. Gatsenko and Y. Kohno: Proc. of the 2nd International ECCC Conference, Zurich, April 21-23, 2009, 1102.
- ①-4)-20 高温変形特性データ集, 社団法人日本鉄鋼協会, 東京, (1994), 117.
- ①-4)-21 SGTE (Scientific Group Thermodata Europe) Solution Database, ed. by B. Sundman, Royal Institute of Technology, Stockholm, Sweden.
- ①-4)-22 K. Inoue, N. Ishikawa, I. Ohnuma, H. Ohtani and K. Ishida: ISIJ Int., **41** (2001), 175.
- ①-4)-23 K. Hamada, K. Tokuno, Y. Tomita, H. Mabuchi and K. Okamoto: ISIJ Int., **35** (1995), 86.
- ①-4)-24 K. Suzuki, S. Kumai, Y. Toda, H. Kushima and K. Kimura: ISIJ Int., **43** (2003), 1089.
- ①-4)-25 角屋好邦, 志水悦郎: 鉄と鋼, **85** (1999), 827.
- ①-4)-26 F. Masuyama: Int. J. Pressure Vessels and Piping, **83** (2006), 819.

②-1) 鍛造部材の組織制御による傾斜機能付与技術の研究

②-1) - 1 背景

(a)研究背景

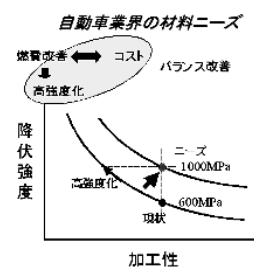
自動車などの軽量化・燃費改善のための鍛造部品の更なる高強度化が求められている。高強度化の阻害要因である被削性との両立が不可欠であり、そのために、同一成分で加工熱処理を駆使して、必要な箇所を高強度化し、それ以外は被削性のために軟質化する傾斜機能付与技術の確立が求められている。強化部は従来以上の強度を出しながら、強度をそれほど必要としない箇所には相応の強度を持たせるという鍛造部品として望む強度分布を付与する有望な手法として析出制御と結晶粒制御が考えられ、本研究開発においてはそれら2つの技術の練成により高強度化・傾斜機能付与技術の確立を目指す。図②-1)-1に研究概要を示す。

析出制御においては従来のV添加鍛造用鋼を大きく上回る、降伏強度600MPa以上の析出強化量が実用化研究の目標達成のためには必要である。そのためにはVC相界面や加工熱処理の制御による、新たな析出制御技術を確立する必要がある。

従来の制御圧延においては結晶粒制御に関して十分な技術の蓄積があるが、鍛造では小減面で大ひずみの導入が可能であるという点を利用した、新たな結晶粒制御方法の確立が望まれている。結晶粒微細化による強化が実現できれば、析出強化を重畳させる前のベース強度向上という点で極めて望ましく、靱性の確保や添加V量の低減などの効果が期待できる。自動車用鍛造部品のニーズとして、靱性、疲労強度の増大および剛性の向上などが同時に要求されており、これに対し、熱力学をベースにした相変態と析出現象の理論的定量化が達成され、ナノサブミクロンスケールで組織を制御したマトリックス+析出強化によって、高剛性で、かつ同一鍛造部材内で高強度と軟質部を併せ持つ高性能な鍛造部品の製造が可能となる。こうして生み

現状の課題

自動車用鉄系鍛造部品(140万トン/年)の高強度化により稼動部品の軽量化
→高強度化と被削性の確保



解決へのアプローチ

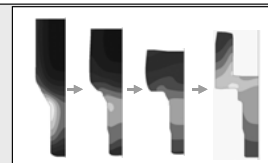
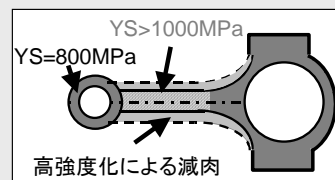
1. 鍛造部材の組織制御による傾斜機能付与技術の研究

⇒高強度化部と軟質部(切削性維持)の造り込み技術の開発による部品軽量化

2. 組織・特性分布を予測する鍛造プロセスのパーティクルラボシステム基盤技術の研究

⇒傾斜機能の造り込みへの成分・プロセス設計に有用なツール開発

⇒トライアンドエラーのリードタイム減少による部材開発期間の短縮



図②-1)-1 「②-1) 鍛造部材の組織制御による傾斜機能付与技術の研究」背景

出される鍛造品は強度と切削性を具備しており、自動車鍛造部品の軽量化ニーズに応じて速やかに実用化に移行されるものと考えられる。

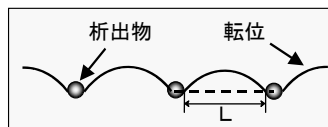
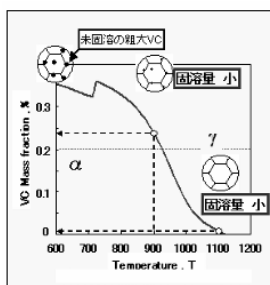
(b) 従来知見

従来研究では中炭素鋼に V を 0-0.6wt% 添加した鋼種について空冷材、等温変態材の組織と強度の関係に関する結果が明らかになっている。図②-1)-2 に VC 析出強化量と V 添加量の関係の従来知見を示す。V 添加中炭素鋼の空冷材の強度測定では 0.3wt% 以上の V 添加により降伏強度が飽和することが報告されており^{②-1)-1}、ベイナイトの形成が原因であると考えられている。高強度化のためには冷却速度を制御し、ベイナイト変態を抑制する必要があることを示している。本研究においては加工付与によりフェライトパーライト変態を促進することによるベイナイト変態抑制方法の確立と、フェライトパーライト組織の得られる冷却条件の範囲の解明という成果が得られた。

また従来研究において等温変態材の強度についても調査が行われているが、変態温度のみで析出強化量が議論されており^{②-1)-1}、微細な VC 相界面析出物の定量評価や保持時間依存性の議論はなされていない。本研究では新たに VC 相界面析出の定量評価手法を確立することにより、変態温度が低いほど（600℃付近）微細な VC 析出が得られ、析出強化量が増大することが分かった。また保持時間依存性についての調査では変態完了後の時効により析出強化量が最大となる点があることを発見し、析出強化量の更なる増大の可能性を見出した。従来研究においては無加工材の強度測定が主流であり、変態温度が高いほど析出強化量が低下する結果が得られており、VC 析出物の粗大化が原因であると考えられてきた。本研究では加工

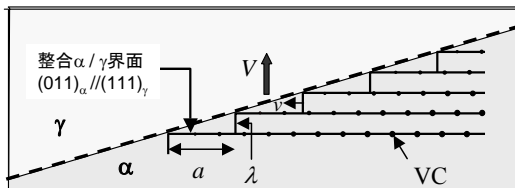
VC相界面析出による強化

→析出強化量はオーステナイト化温度と変態温度で制御可能

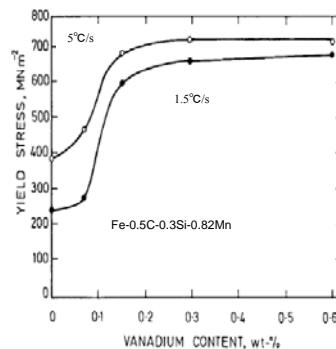


Ashby-Orowanの式

$$\Delta\tau = 0.84 \left(\frac{1.2Gb}{2\pi L} \right) \cdot \ln \left(\frac{x}{2b} \right)$$



VC析出強化量はVの添加で増加するが、飽和する



S.A. Parsons, and D.V. Edmonds :
Materials Science and Technology, 3 (1987), pp.894.

図②-1)-2 従来知見

付与による保持時間の最適化に着目して研究を行い、変態温度が高い場合においても熱処理時間短縮により析出強化量を確保できるという新たな知見が得られた。この結果は変態温度が高い場合においても相界面析出した直後においては VC 析出物が微細であり十分な析出強化量が得られるが、変態完了までの保持により VC 析出物の粗大化が起こり、析出強化量が減少するというを示している。

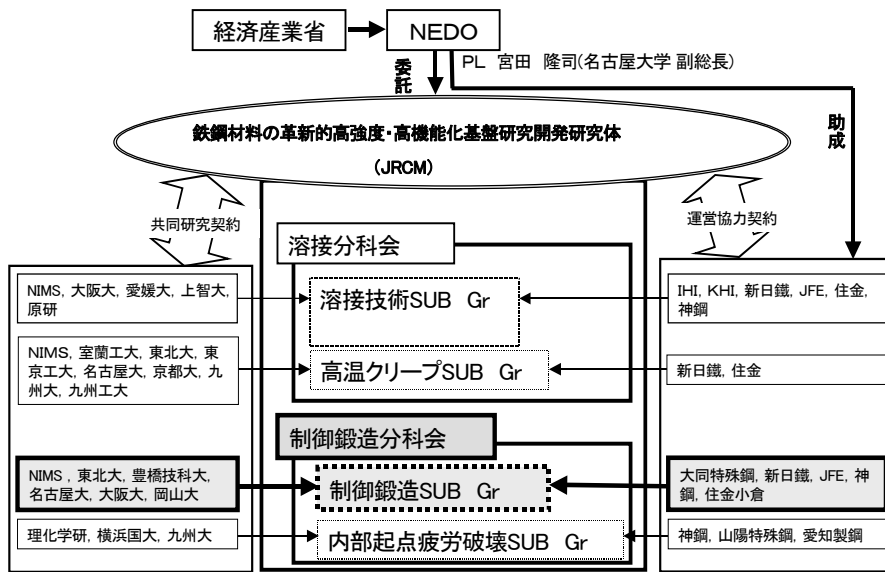
参考文献

②-1)-1 S.A. Parsons, and D.V. Edmonds : Materials Science and Technology, 3 (1987), pp.894.

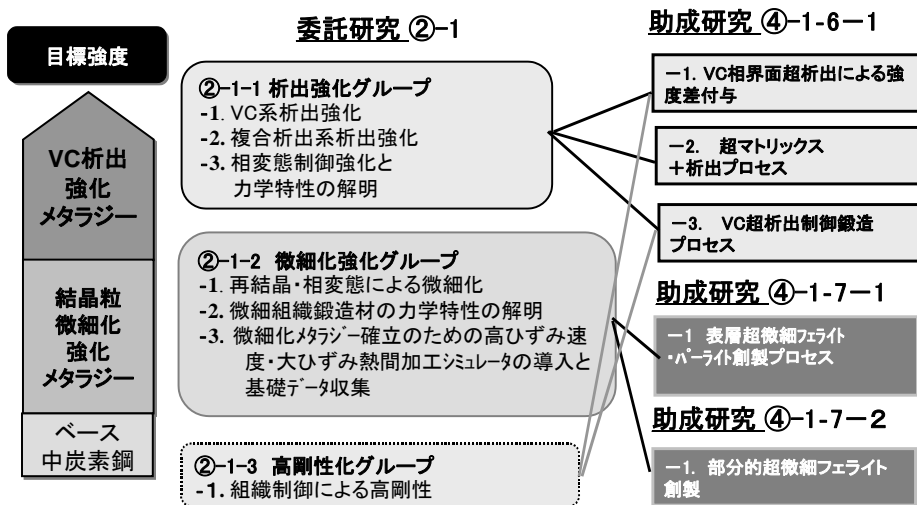
②-1) - 2 研究開発の実施体制

「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発研究」プロジェクトの制御鍛造サブグループでは委託研究として6の大学・国研との共同研究による基礎基盤研究成果の創出と、その成果を活用した5企業による鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化を実現する助成研究の出口を結びつけるための研究全体の進捗を管理し、効率的なプロジェクト目標の達成に貢献している。制御鍛造サブグループの研究開発実施体制を図②-1)-3に示す。

「②-1) 鍛造部材の組織制御による傾斜機能付与技術の研究」では析出強化、組織微細化強化、高剛性化の3つのテーマについて、図②-1)-4に示すように企業の助成研究との連携を図りつつ、効率的に研究の実施と目標の達成を遂行してきたが、研究集約化のため一部研究項目の中止を決定することになり、それに伴い研究機関も減少した。



図②-1)-3 制御鍛造サブグループの研究開発実施体制



図②-1)-4 「②-1) 鍛造部材の組織制御による傾斜機能付与技術の研究」研究体制

②-1) - 3 開発目標の達成状況

「母材の析出強化最大化方策の抽出と鍛造プロセスによる細粒化指針提示」という中間目標に対しては順調に成果が得られており、今年度中に目標を達成見込みである（表②-1)-1）。

析出強化を利用した高強度化については順調に成果が得られており、「VC 相界面析出の定量化手法の確立と定量化」、「加工付与による保持時間短縮による析出強化量確保」、「析出強化を用いた高強度化方策の明確化」といった成果が得られており、得られた知見は企業の実用化研究での降伏強度 1000MPa 達成に貢献している。

研究集約化のために研究が終了した研究項目については平成 20 年度までに「Cu 複合添加による析出強化量の増加」、「逆変態を利用した組織微細化指針」と「逆変態を利用した粒径 1 μ m のフェライト・セメンタイト組織作製」、「過冷オーステナイトの大ひずみ加工を利用した組織微細化指針」と、「粒径 1.5 μ m のフェライト・パーライト組織」、「配向組織を用いた特定方向のヤング率 12%向上」という結果が得られている。

| 研究開発項目 | 中間目標 | 最終目標 | 成果 | 達成状況 | 最終目標の達成に向けた今後の取り組み |
|-----------------------------|----------------------------------|---|---|------|--|
| ②-1)鍛造部材の組織制御による傾斜機能付与技術の研究 | 母材の析出強化最大化方策の抽出と鍛造プロセスによる細粒化指針提示 | 降伏強度1000MPa以上でオーステナイト域(900℃)加工でフェライト粒2 μ m以下、フェライト域およびフェライト+オーステナイト域加工でフェライト粒1 μ m以下の超細粒の実現 → (技術推進委員会の提言を受けた読替目標(案)) 降伏強度1000MPa以上を実現するVC析出形態と加工熱処理条件の明示 | VC析出の定量的評価手法を新たに確立した。VC析出強化は低温ほど大きいこと、等温変態では析出強化を最大にする保持時間が存在すること、加工による変態促進により高温でもVC析出強化を大きくできることを示した | ◎ | 開発プロセスにおいて高強度化と傾斜機能化を達成可能な制御指針を提示し、実鍛造プロセスにおいて降伏強度1000MPa以上を達成する |

投稿論文：3件（H21年度 4件計画中）

表②-1)-1 「②-1) 鍛造部材の組織制御による傾斜機能付与技術の研究」開発目標達成状況

②-1) - 4 検討内容

②-1) - 4 - 1 VC 析出制御による高強度化

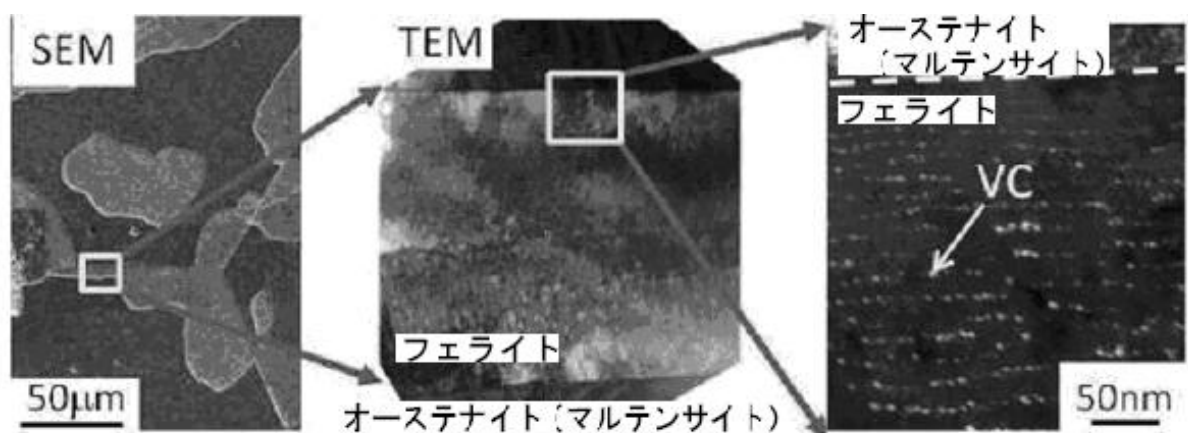
VC 相界面析出による中炭素鋼の高強度化機構の解明を目的として、相界面析出 VC の分布の定量評価法の確立と VC 相界面析出組織の定量化による高強度化指導原理の明確化を行い、助成事業の降伏強度 1000MPa 達成に貢献した。

本研究項目では VC 析出による強化量最大化を目標として、VC 析出粒子分布の定量化手法の確立および中炭素鋼での VC 析出組織に及ぼす処理条件、添加 V 量、変態前加工の影響と、相界面析出 VC による析出強化機構および共析パーライト鋼での VC 相界面析出組織について調査してきた。更に、V 添加中炭素鋼への Cu 複合添加による析出強化量最大化の検討を行った。

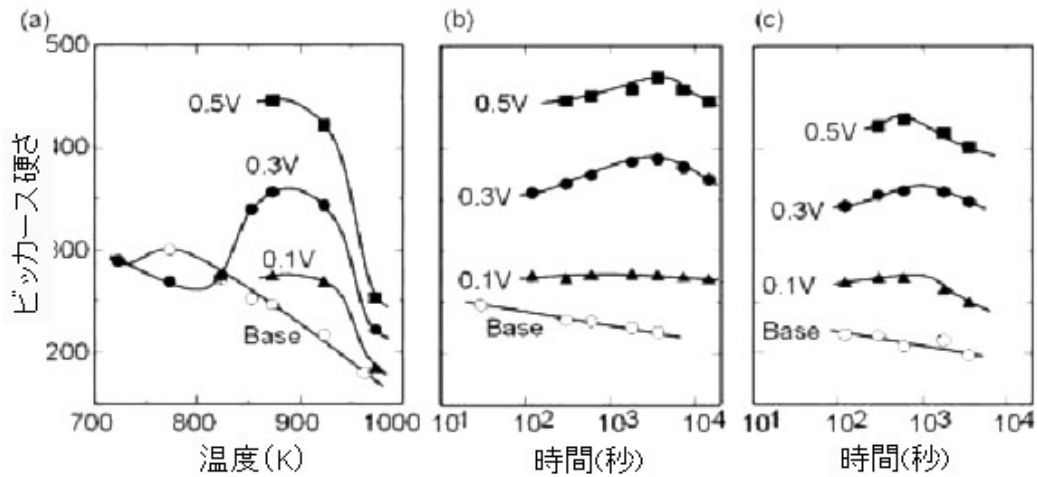
②-1) - 4 - 1 - 1 相界面析出 VC の定量化技術の確立

V 添加中炭素鋼での VC 析出は主にフェライト・パーライト変態に伴う相界面析出によって起こるため、低倍率でのフェライト・パーライト相変態組織の観察と高倍率での VC 析出組織の調査を同一視野で行い、VC 析出粒子を定量化できる観察手法を確立することが不可欠である。以上の問題点を考慮して V 添加による硬度上昇をもたらす微細組織変化を明らかにするため、SEM/EBSD/FIB および TEM 観察を複合的に組み合わせた組織解析手法を確立した。図②-1)-5 は 973K での変態途中で焼き入れた V 添加中炭素鋼の SEM および TEM 写真である。これを例に、相界面析出 VC 組織の定量化方法の概略を示す。

- SEM/EBSD によるフェライト組織の観察 (図②-1)-4 の左の SEM 写真参照) およびオーステナイト/フェライト間の結晶方位関係の解析を行う。
- SEM/EBSD 観察と同一視野から FIB 加工により TEM 薄膜試料を作製する (②-1)-4 の中央の TEM 写真参照)。
- TEM 観察により VC 粒子の暗視野像を撮影し (図②-1)-4 の右の TEM 写真参照)、得られた暗視野像から画像処理および粒子輪郭のトレース描画によって全粒子の大きさを測定する。



図②-1)-5 SEM/FIB/TEM 観察を組み合わせた VC 定量化方法の流れ



図②-1)-6 (a)変態完了直後の硬度の変態温度依存性、(b)873K での変態後の保持に伴う硬度変化、(c)923K での変態後の保持に伴う硬度変化

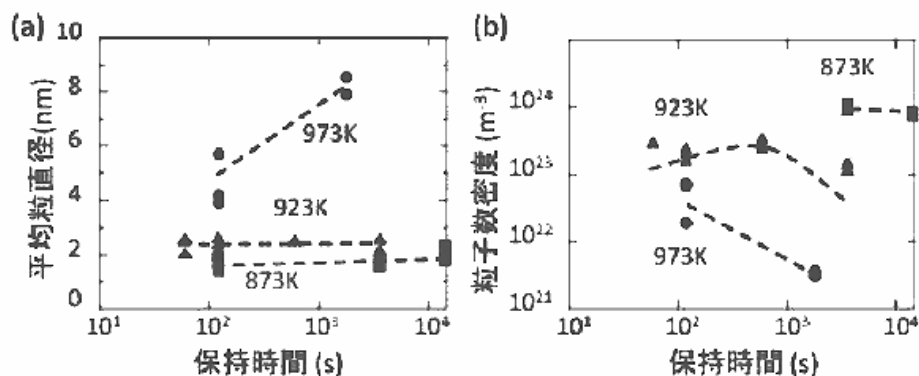
- d. 同一視野から得た収束電子線回折図形を解析して、観察視野の局所的な試料膜厚を測定する。

以上の手順を経ることにより VC 粒子の数密度、粒径分布および VC の体積率を定量的に評価することができる。

②-1) - 4 - 1 - 2 VC 相界面析出の定量評価による強化量最大化原理の解明

VC の相界面析出挙動の解明には中炭素鋼 S45C(Fe-0.45C-0.85Mn-0.25Si)を基本組成として 0.1%、0.3%、0.5%V を添加した合金を用いた。添加した全 V 量が完全固溶する温度においてそれぞれの試料をオーステナイト化した後、723~973K で等温変態させた。

図②-1)-6 (a)に各合金における種々の温度での変態直後の硬度を示す。S45C 材ではフェライト+パーライト組織を示す 873K までは変態温度が低下するほど単調に硬度は上昇するが、全面ベイナイト組織となる 723K では 773K よりも硬度は減少する。一方、S45C(0.3V)材の硬度は 873K 以上では S45C 材に比べ顕著に高く、ベイナイトが生成し始める 853K 以下で減少し始める。図②-1)-6 (b)、(c)は 873K および 923K で変態完了後さらに等温保持を行った際の硬度変化を表している。いずれの温度でも S45C 材の硬度は保持時間が長くなるにつれ単調に減少するのに対して、V 添加材では時効による硬度上昇が明瞭に見られる。添加 V 量の増加および保持温度の低下に伴いピーク硬度は高くなる。以上より、VC 相界面析出により高い硬度を得るためには、フェライト/パーライト変態温度域のなるべく低温で変態させて、その後適切な時間保持することが重要であることが明らかとなった。変態前加工の影響を調べるため、変態温度または 1173K で 40%までの加工を施した 873 および 923K 変態材の硬度を調べた結果、873K では加工温度、加工度に関わらず変態前加工により V 添加材の硬度は増加することが分かった。また、共析パーライト鋼を用いて V 添加による組織および硬度変化を調べたところ、873~923K で最も硬度が高くなること、V 添加によるパーライトラメラ間隔の変化は小さく硬度上昇のほとんどはパーライト中のフェライトラメラ部での VC 析出による強化に起因することが明らかとなった。



図②-1)-7 定量化した VC 析出粒子の(a)平均粒子直径、(b)粒子数密度

これらの種々の条件の熱処理を施した V 添加中炭素鋼に対して VC 析出組織の定量化を行った。図②-1)-7 に 873、923 および 973K 変態材での VC 粒子の(a)平均粒直径、(b)粒子数密度を示す。同じ熱処理材、また同一フェライト粒内であっても場所によって VC 粒子の平均半径および密度にはばらつきがあるが、変態温度が低下するほど、VC 粒子サイズが減少し数密度が著しく増加する傾向が明確に見られる。変態温度の低下に伴って平均相界面シート間隔の減少も認められた。変態完了後の保持時間の影響を見ると、873K および 923K では粒子サイズ、数密度とも目立った変化は見られない。一方、973K では長時間の保持により粒子サイズは増加し、密度が減少していることから、この温度では VC 粒子の粗大化が起こっていることが分かる。硬度変化との比較により、微細な VC を高密度で析出させることで硬度上昇量が最大化することが分かる。また、V 添加量の増加により同一熱処理条件においても VC 析出の粒子密度が高くなることが確認された。

②-1) - 4 - 1 - 3 析出強化量最大化に及ぼす第三元素の影響

VC と Cu 粒子の複合析出による中炭素鋼の高強度化について検討するため、S45C を基本組成として、0.3%V および 2%Cu をそれぞれ単独添加した鋼と V と Cu を複合添加した鋼を 873K で変態させ硬度および析出組織を調べた。変態直後では V および Cu の単独添加により S45C よりも硬度が約 120-130 上昇する。Cu 添加鋼ではその後の保持で顕著に軟化するのに対して、V 添加鋼では硬度はほとんど変わらない。一方、V-Cu 複合添加鋼での析出強化量は V および Cu 単独添加における強化量を加算したものにほぼ等しいことが明らかとなった。初析フェライト中の析出組織を調べたところ、V 添加材では VC が相界面析出するのに対して、Cu 添加材では Cu 粒子がランダムに析出しそのサイズも VC に比べて著しく大きい。一方、複合添加材では単独添加材で観察された微細な VC と粗大な Cu が混在して析出するのではな

く、V 単独添加材と同様の微細な相界面析出組織を呈することを見出した。なお、当初予定していた V-Cu 複合添加の影響を十分に明らかにすることができたため、本項目は、選択と集中により H21 年度で研究を終了する。

②-1) -4-1-4 まとめと最終目標に向けた今後の取り組み

相界面析出で生成する析出物は非常に微細なため、処理条件による析出組織の変化は定性的にしか明らかにされていなかった。これに対して本研究では、析出 VC のサイズ、数密度を定量的に測定可能な手法を新たに確立し、変態温度や保持時間に伴う分布の変化を初めて定量化することで、VC 析出により中炭素鋼の高強度化には、フェライト+パーライト温度域のなるべく低温側で変態させ VC を微細かつ高密度に生成させることが必要である、という基本指針を得ることができた。以上、変態温度、保持時間、V 添加量、V-Cu 複合添加が相界面析出組織に及ぼす影響を明確にし、助成研究における VC 析出強化を利用した降伏強度 1000MPa 達成に貢献した(関連項目④-1-6-1-1、④-1-6-1-2、④-1-6-1-3)。今後さらに実鍛造プロセスにおける VC 相界面析出による高強度化原理を解明すると共に、析出強化機構を考える上で重要となる変形を担う運動転位と VC 粒子との相互作用を調べるため、TEM 内引張ホルダーを導入し、微細炭化物が析出した試料を用いて変形時の組織変化を調査中である。

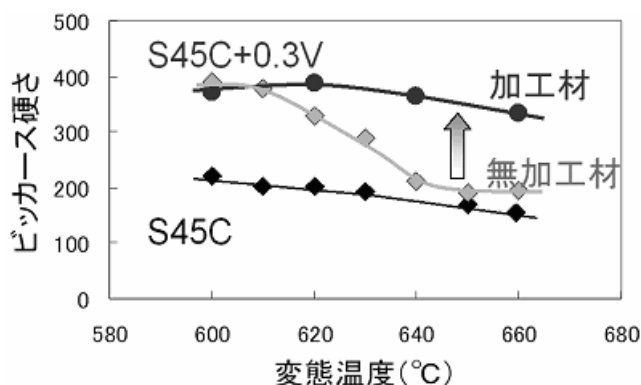
②-1) - 4 - 2 相変態制御による析出強化量最大化

高強度化のための加工熱処理プロセス条件の明確化を目的として研究を行い、変態温度制御、加工付与による保持時間短縮による析出強化量確保のための指針を提案し、助成事業の降伏強度 1000MPa 達成に貢献した。

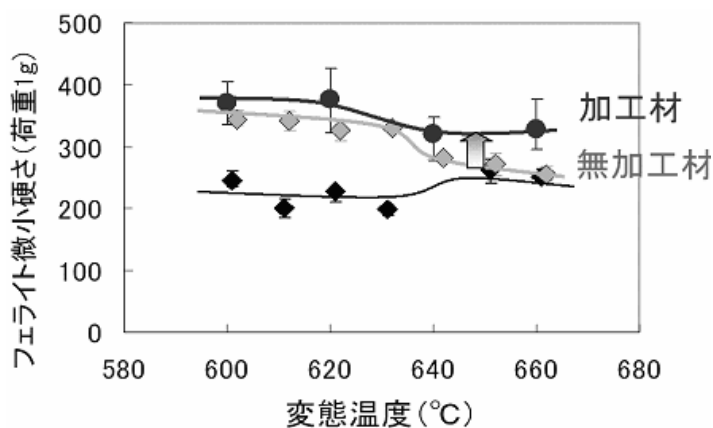
a. 等温変態材の析出強化量の測定

V 添加中炭素鋼の組織・析出制御を利用した強化方法を明らかにするため、「全自動変態記録測定装置」と「熱間加工再現試験装置」を用いて作製した等温変態材の組織・力学特性について調査を行った。図②-1)-8 に等温変態材のビッカース硬さを示す。S45C の無加工材の高温での強度の低下は、フェライト分率の増加、フェライト粒径の増加、パーライトラメラ間隔の増加などが原因として考えられる。ただ強度の低下は 50Hv 程度であり、0.3wt%V 添加による析出強化量約 200Hv と比較すると小さく、V 添加鋼の強度確保には析出強化量の制御が効率的であるということを示している。V 添加鋼の無加工材では高温保持で明らかに析出強化量が減少しているが、加工付与材では強度低下が抑制されている。これは加工付与により変態が促進されることで保持時間を短縮することが可能となり結果として VC 析出物の粗大化が抑制されたためであると考えられる。

「超微小硬さ試験機」でフェライト部の微小硬さを測定した結果を図②-1)-9 に示す。V 添加



図②-1)-8 等温変態材の強度



図②-1)-9 等温変態材のフェライト強度

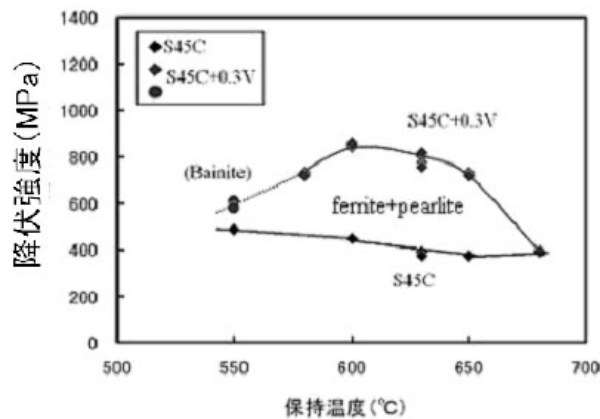
鋼の無加工材では高温側でフェライト部の析出強化量が明らかに減少しているが、加工付与により低下が抑制されていることが分かった。パーライト微小硬さの結果においても同様の傾向が見られた。

b. 等温変態材の降伏強度測定

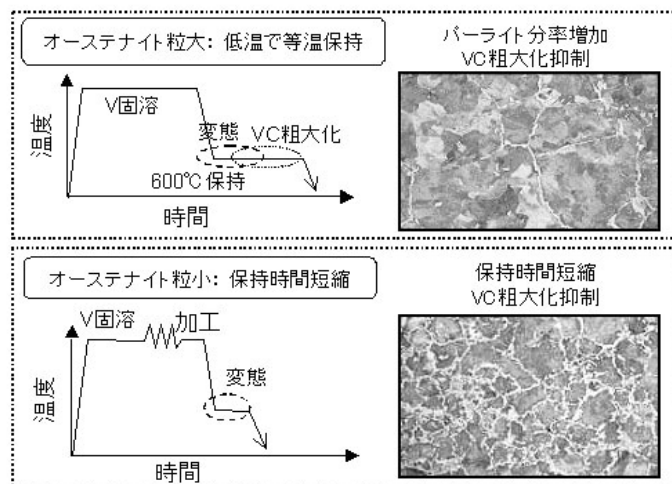
「熱間加工再現試験装置」を用いて作製した、温度・加工履歴を制御した試験片から微小引張試験片を採取し、引張試験を行う手法を確立した。等温変態材の降伏強度を測定した結果を図②-1)-10に示す。V添加鋼の降伏強度は600℃等温変態で最大となっているが、ベイナイトでは強度が大幅に低下しておりベイナイト変態を抑制する必要があることが分かった。

c. 析出強化最大化方策

S45C+0.3wt%V 鋼に関する析出強化最大化方策を図②-1)-11に示す。V添加鋼の無加工材（オーステナイト粒粗大）ではベイナイト変態を抑制するために等温保持が必要であり、保持温



図②-1)-10 無加工材の降伏強度



度は強度が最大となる 600°Cが望ましい。逆に加工材（オーステナイト粒微細）では保持時間を短くし、VC 析出物の粗大化を抑制することが望ましいことが分かった。

d. まとめと最終目標に向けた今後の取り組み

従来、V 添加中炭素鋼の強度は無加工材の等温保持で調査が行われており、加工材についての研究はほとんど行われていなかった。特に本研究では加工付与による変態時間の短縮が析出強化量に大きく影響を与えることを発見し、析出強化量は変態温度だけでなく変態時間に大きく影響されることを示した。

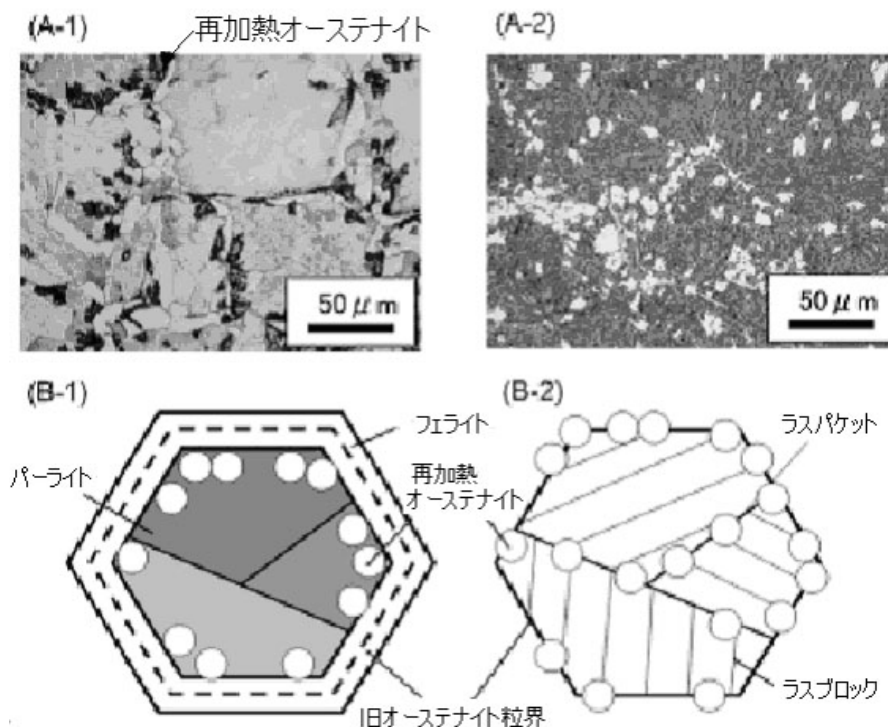
以上、加工熱処理が析出強化に及ぼす影響を明確にし、助成研究における VC 析出強化を利用した降伏強度 1000MPa 達成に貢献した。今後さらに実鍛造プロセスで用いられる変態前加工などの高強度化原理を解明するとともに、逆に非強化部に用いるための析出強化量を低減するための方策についても研究を行う。

②-1) - 4) - 3 組織微細化による高強度化

結晶粒微細化条件の明確化と微細化による高強度化の研究を行い、マルテンサイトからの逆変態、過冷オーステナイトの大ひずみ加工による超微細粒組織の作製と原理の解明を行った。助成事業の高強度化達成に貢献した。

a. 逆変態を用いた組織微細化メカニズムの解明

最終のフェライト組織を細粒化するためには、まずオーステナイト結晶粒を微細化することが必要である。本研究項目では、一旦フェライトを基地組織とする低温相に相変態した材料が、復熱あるいは加工発熱によってオーステナイトへ逆変態することを想定し、逆変態によるオーステナイト細粒化に関する研究を行った。中炭素鋼を逆変態させた場合の初期組織の観察例が図②-1)-12 である。逆変態前の組織としてフェライト・パーライトとマルテンサイトを想定し、逆変態時のオーステナイト核生成サイトを調査した。フェライト・パーライト組織を母材とした場合は初析フェライトとパーライトの界面から核生成している (A-1) のに対して、マルテンサイトでは旧オーステナイト粒界とラスパケット境界からの核生成が観察された。模式図を図②-1)-12 (B)に示す。マルテンサイト中には多くの大傾角粒界が存在するために逆変態時のオーステナイト核生成が促進されるため、フェライト・パーライト組織よりもオーステナイト粒径が微細化される。このことから逆変態前組織としてはマルテンサ



図②-1)-12 逆変態を用いた組織微細化メカニズム概念図

(A) 逆変態後の組織(1:フェライト、パーライト、2:マルテンサイト母相)

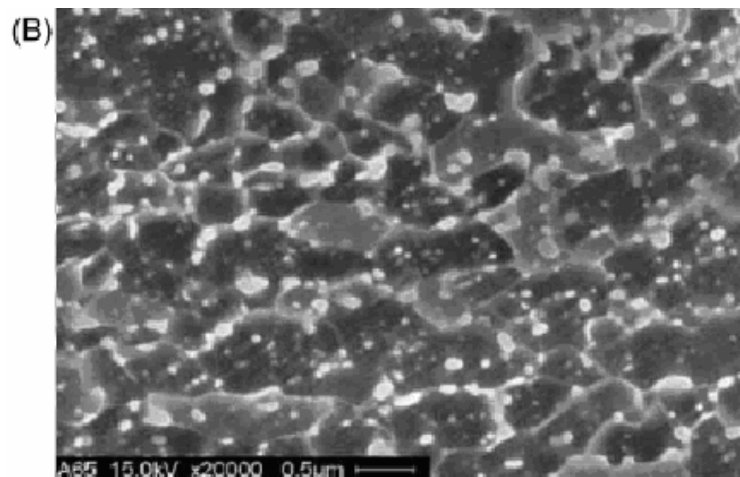
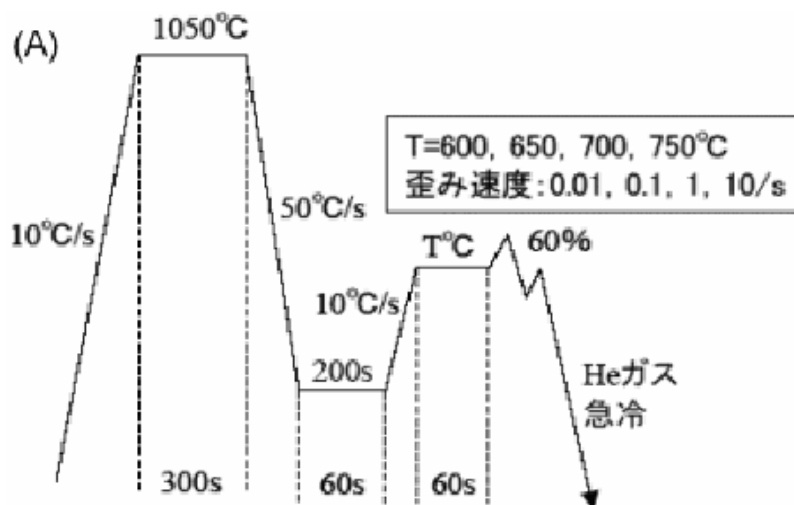
(B) 逆変態時のオーステナイト核生成サイト概念図

イト組織が有効であることから分かった。

得られた成果をもとに実際にマルテンサイト組織からの逆変態を用いて実際に超微細組織を作製し、中間目標や最終目標の達成の見込みを得た。

b. 逆変態を用いた超微細粒組織の作製

マルテンサイト組織からの逆変態が組織微細化に非常に有効であることが判明したので、中炭素鋼のラボ材を用いて図②-1)-13 に示す加工熱処理条件を用いて微細組織を作製した。その結果0.6%C鋼の650°C加工材において結晶粒0.5 μm 以下のフェライト・セメンタイト組織が得られた。降伏強度換算で900MPa相当の硬さが得られており、ベース材の強化としては十分な強度を達成した。



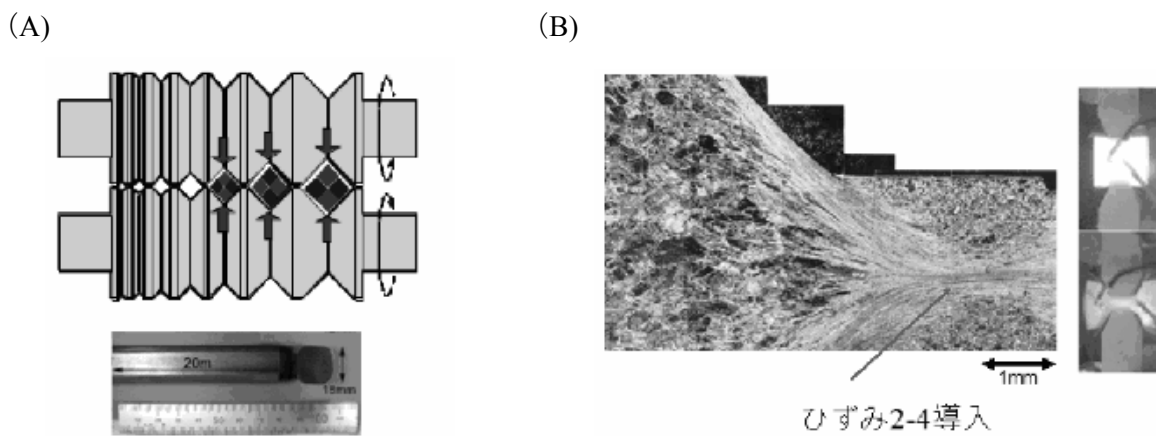
図②-1)-13 逆変態を用いた逆変態を用いた超微細粒組織の作製

(A) 加工熱処理パターン

(B) 650°C加工により作製した結晶粒0.5 μm 以下のフェライト・セメンタイト組織

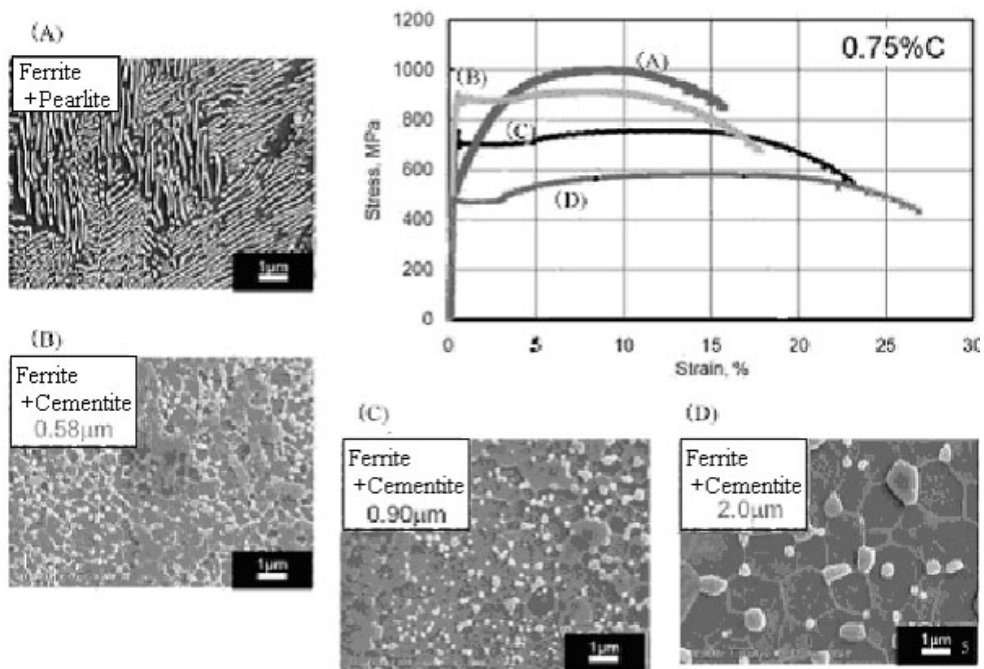
c. 微細組織の力学特性解明

組織微細化による強度上昇を目的として、微細組織の作製と力学特性の測定を行った。図②-1)-14 に微細組織形成方法の概要を示す。本検討項目では 2 種類の微細組織形成方法を採用した。温間溝ロール圧延では微細フェライト・セメンタイト組織が、25 トン圧延鍛造シミュレータでは微細フェライト・パーライト組織が得られる。図②-1)-15 に S75C 鋼について温間溝ロール圧延で作製した微細組織の応力-ひずみ曲線を示す。フェライト・パーライト組織と比較してフェライト・セメンタイト組織の方が同一の引張強度レベルで比較すると降伏強度が高いことから、フェライト・セメンタイト組織の微細化が降伏強度の強化に有効であるということが分かった。また $0.58\mu\text{m}$ の微細フェライト・セメンタイト組織では降伏強度 900MPa が得られている。



図②-1)-14 微細組織作製方法の概要

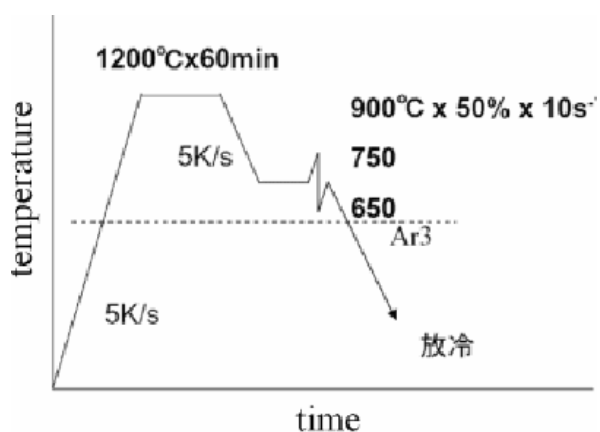
(A) 温間溝ロール圧延 (B) 25 トン圧延鍛造シミュレータ



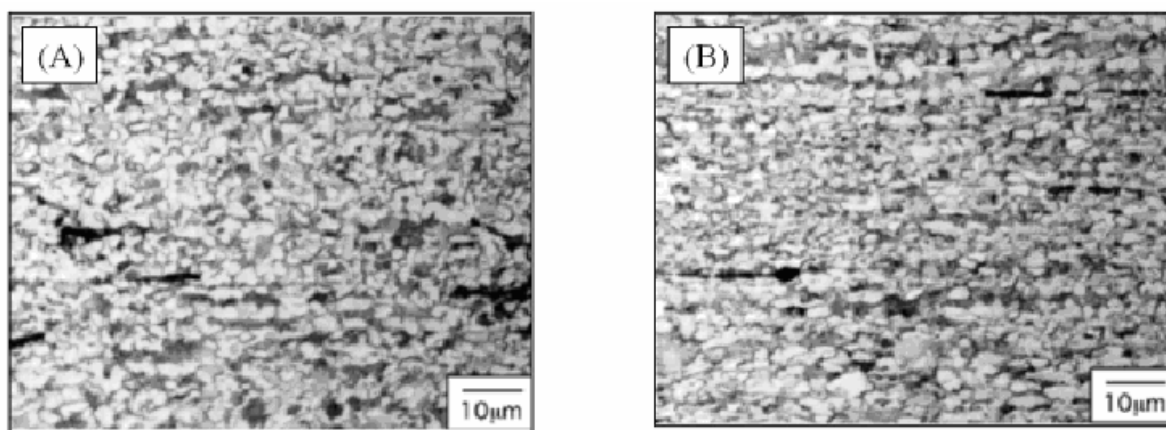
図②-1)-15 微細組織の強度特性

d. 過冷オーステナイトの大ひずみ加工を用いた超微細粒組織の作製

前節で得られた結果のように降伏強度上昇という観点ではフェライト・セメンタイト組織が最も有効であるが、実用鍛造プロセスにおいてはフェライト・セメンタイト組織の作製は非常に困難であり、組織微細化という観点では過冷オーステナイトの大ひずみ加工を用いた微細フェライト・パーライト組織が現実的である。そこで図②-1)-14 (B)の 25 トン圧延鍛造シミュレータで S45C、S45C+0.3%V 鋼について微細フェライト・パーライト組織を作製し、その力学特性について調査を行った。加工熱処理条件を図②-1)-16 に、650°C加工により得られた組織を図②-1)-17 に示す。1-1.5 μm の微細なフェライト・パーライト組織が得られており、降伏強度は S45C 鋼で 570MPa、S45C+0.3%V 鋼で 870MPa が得られた。析出強化と微細化強化を両立した組織を作製することに成功した。



図②-1)-16 25 トン圧延鍛造シミュレータを用いた大ひずみ加工条件



図②-1)-17 650°C加工で得られた微細フェライト・パーライト組織

(A) S45C 鋼 粒径 1.5 μm 、(B) S45C+0.3V 鋼 粒径 1 μm


e.まとめと最終目標に向けた今後の取り組み

低炭素鋼の制御圧延を利用した結晶粒微細化については既に多くの研究例が存在するが、本研究の対象は中炭素鋼であり再結晶速度や臨界ひずみが低炭素鋼と異なる点、鍛造では大ひずみ、高ひずみ速度を利用できる点が従来研究と異なる。本研究では中炭素鋼についてマルテンサイト組織からの逆変態と、過冷オーステナイト域の大ひずみ加工を利用した微細化を利用して、微細化のみで降伏強度 870MPa を達成した。助成研究における結晶粒微細化を利用した高強度化の達成に貢献した。平成 20 年度で微細化による高強度化の研究は終了し、今後は既に得られた知見を実鍛造プロセスへの応用展開を検討する。

②-1) - 4) - 4 まとめと最終目標に向けた今後の取り組み

「②-1) 鍛造部材の組織制御による傾斜機能付与技術の研究」においては各検討項目では順調に成果が得られており、「母材の析出強化最大化方策の抽出と鍛造プロセスによる細粒化指針提示」という中間目標に対しては今年度中に達成見込みである。研究集約化のため平成 21 年度から VC 析出強化に一本化して研究を行っているが、平成 22 年以降は実鍛造プロセスにおける VC 析出制御について取り組み、高強度化原理、強度傾斜機能付与原理を解明することを目標とする。各検討項目についての成果と今後の取り組みを図②-1)-18 に示す。

②-1)鍛造部材の組織制御による傾斜機能付与技術の研究

| | |
|---|---|
| 達成状況  | <p>【中間目標】 母材の析出強化最大化方策の抽出と鍛造プロセスによる細粒化指針提示</p> <p>【最終目標】 降伏強度1000MPa以上でオーステナイト域(900℃)加工でフェライト粒2μm以下、フェライト域およびフェライト+オーステナイト域加工でフェライト粒1μm以下の超細粒の実現</p> <p>→ (技術推進委員会の提言を受けた読替目標(案)) 降伏強度1000MPa以上を実現するVC析出形態と加工熱処理条件の明示</p> |
|---|---|

| 研究開発項目 | 成果 | 最終目標に向けた今後の課題と方針 | 最終目標 |
|------------------|--|---|----------------------------|
| VC析出強化による高強度化 | VC相界面析出の定量評価による強化量最大化原理の解明 V,Cu複合添加による析出強化最大化 | 実鍛造プロセスにおけるVC相界面析出による高強度化原理の解明 | 析出制御により降伏強度1000MPa以上の強度の実現 |
| 相変態制御による析出強化量最大化 | 変態温度制御、加工付与による保持時間短縮による析出強化量確保 | 実鍛造プロセスにおいて高強度化と傾斜機能化が達成可能な加工熱処理条件の提案 (多段加工プロセスへの対応、非強化部の強度制御法の考案) | |

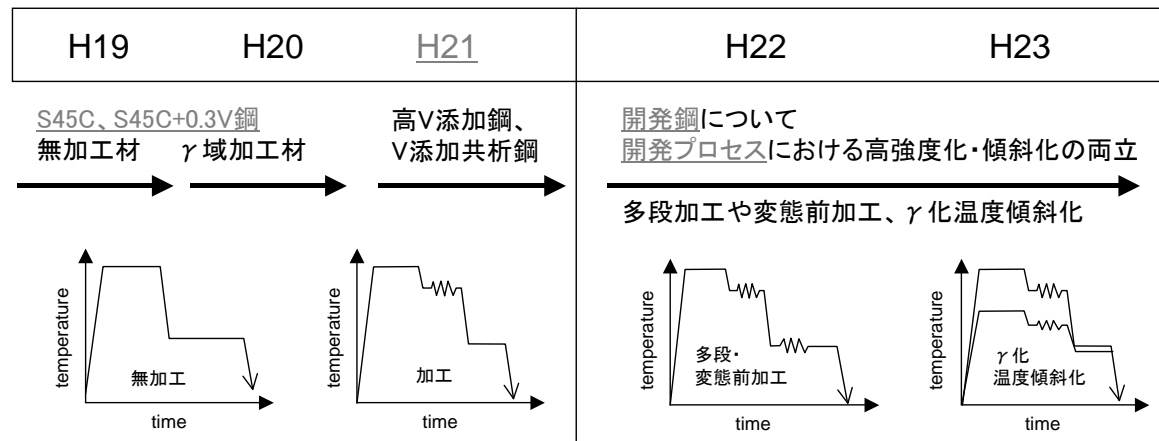
図②-1)-18 まとめと最終目標に向けた今後の取り組み

図②-1)-19 にプロジェクト期間中の研究計画の概要を示す。平成 19-21 年度の VC 析出制御の検討項目ではベース鋼の S45C と S45C+0.3%V 鋼の無加工材、単純な熱間加工材の研究を行ってきた。

平成 22-23 年度はさらに V 添加量を増した鋼種に対して実鍛造プロセスを対象とした加工プロセスを想定するため、多段加工や変態前加工などの加工プロセス中での VC 析出制御や相変態制御が要求される。多段加工によるオーステナイト中での VC 析出は析出強化量を減少させることが考えられる。変態前加工はフェライト分率の増加など強度に大きな影響を及ぼす。よって実鍛造プロセスにおいて析出強化量を確保するためには多段加工や変態前加工プロセスにおける VC 析出制御は必須の研究事項であり、企業の実用化研究に大きく貢献することが予想される。

もうひとつの課題は非強化部の強度の制御方法である。これまでの研究期間においては主

に高強度化に取り組んでおり、析出強化量の低減についてはほとんど研究を行っていない。非強化部の強度制御としては、初期加熱温度を下げオーステナイト中にVを固溶させない方法や、オーステナイト中の加工誘起析出を利用する方法が考えられる。非強化部の強度制御は実用化の観点からは必須の研究事項であり、企業の実用化研究に大きく貢献することが予想される。



図②-1)-19 プロジェクト期間中の研究計画概要

②-2) 組織・特性分布を予測する鍛造プロセスのバーチャルラボシステム基盤技術の開発

②-2) - 1 背景

(a)研究背景

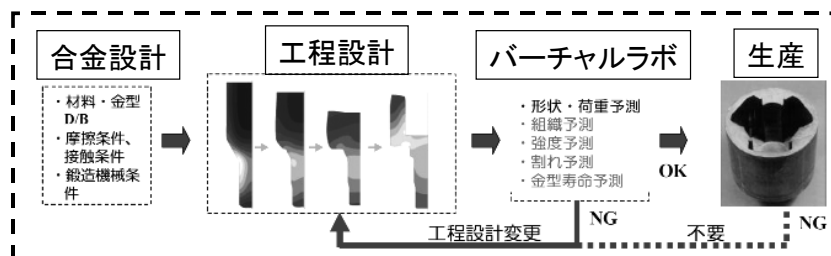
制御鍛造では、加熱温度、加工温度、ひずみ、冷却速度などの因子を制御して、目標とする強度分布を得る必要がある。本研究では、ターゲット部品を製造する際に、目標とする強度分布を得るための最適工程設計を可能とするシミュレーションシステム基盤技術の開発を行う。これにより、さまざまな鍛造部品に対して、目標とする強度分布を得るための工程設計を簡便に行うことが可能となる。

現在、本プロジェクトにおけるキー・テクノロジーの一つである有限要素解析は塑性加工分野において急速に広まりつつあり、製品およびプロセス開発におけるコスト低減ならびにリードタイム短縮において実際に成果を上げており、関連の研究も数多く行われている。このような土壌があるため、本プロジェクトが目指す高強度鍛造品の実現におけるバーチャルラボ適用のモデルケースが示されれば、これらは比較的スムーズに業界に浸透することが予想される。また、組織予測モデルと同時にデータベースを提供することにより、解析ノウハウをあまり持たない企業においても初期から高度かつ実用的な解析が可能となり、広く受け入れられるものと思われる。

バーチャルラボシステムの概要を図②-2)-1 に示す。

バーチャルラボの必要性

試作によるトライアンドエラーの大幅削減、開発期間の短縮



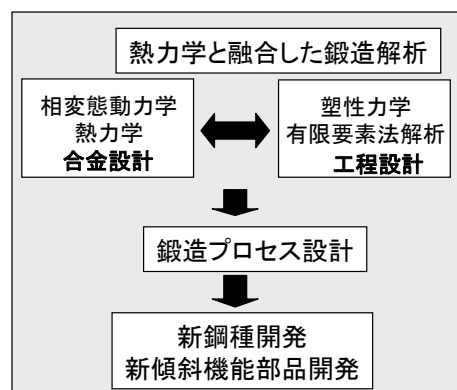
解決へのアプローチ

現状の鍛造シミュレーション

熱間圧延材の組織微細化モデルを応用
析出物モデルは未開発

開発予定のバーチャルラボシステム

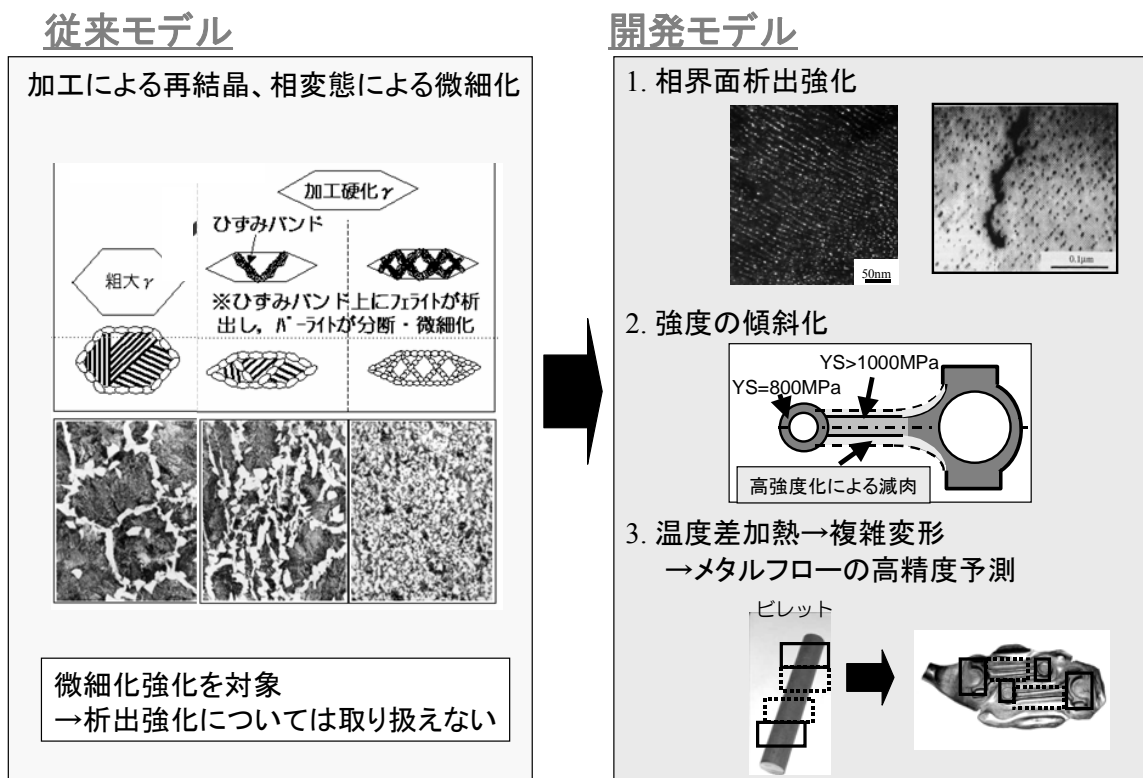
析出強化を含んだ
「相変態動力学-熱力学」と
「塑性力学による有限要素法解析」
の融合による鍛造シミュレーション



図②-2)-1 「②-2) 組織・特性分布を予測する鍛造プロセスのバーチャルラボシステム基盤技術の開発」背景

(b)従来知見

図②-1)-2 に従来研究と開発モデルの比較を示す。鍛造用中炭素鋼の組織-力学特性分布の有限要素解析を用いたシミュレーションについては研究例があるが、再結晶や相変態などの冶金現象は影響因子の多さ、相互作用の複雑さなどから定式化が困難であり、本研究の VC 析出のように様々な冶金現象に大きな影響を与える場合には適用できない。再結晶・粒成長、VC 固溶・析出、相変態といった現象を予測可能な各モジュールを開発し、それらのモジュールを有機的に連携させることで、鍛造用の V 添加中炭素鋼に適用可能な予測システムを構築した。V 添加鋼に適用可能な点、オーステナイト化温度の傾斜化などの開発鍛造プロセスに適用可能な点が従来研究とは大きく異なる。



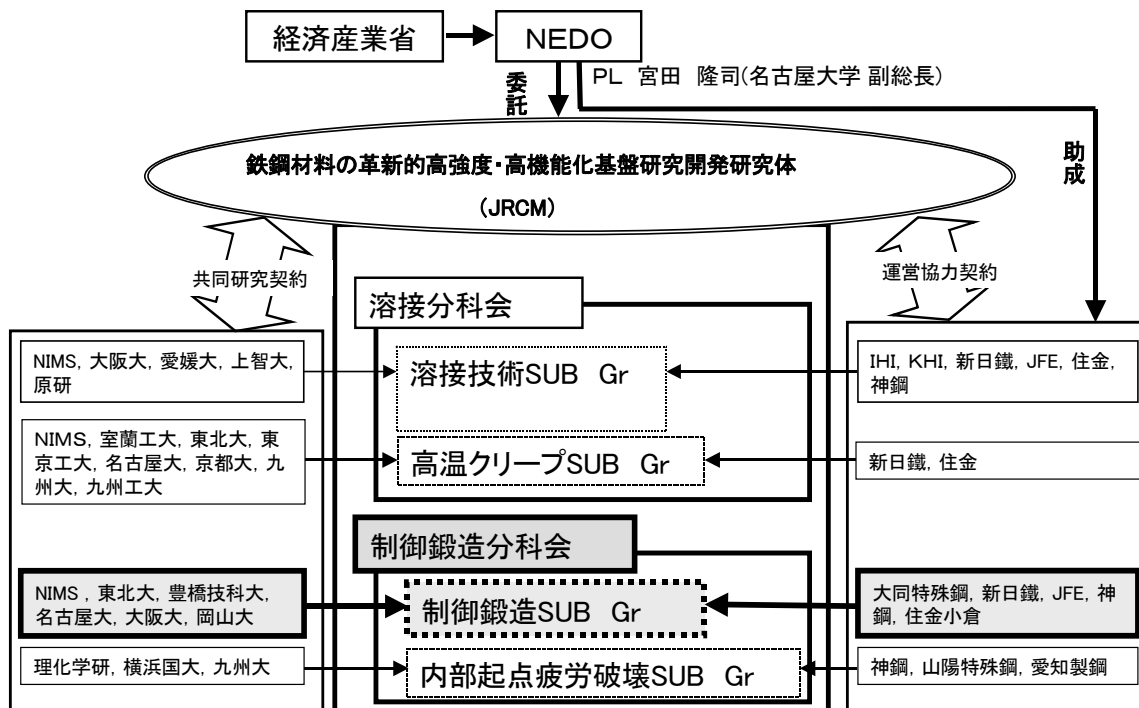
図②-2)-2 従来研究との比較

②-2) - 2 研究開発の実施体制

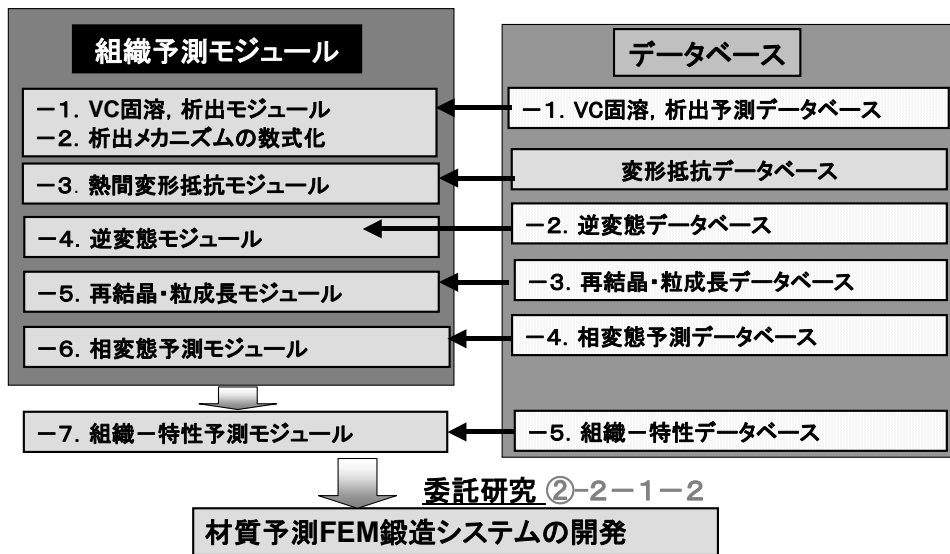
「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発研究」プロジェクトの制御鍛造サブグループでは委託研究として6の大学・国研との共同研究による基礎基盤研究成果の創出と、その成果を活用した5企業による鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化を実現する助成研究の出口を結びつけるための研究全体の進捗を管理し、効率的なプロジェクト目標の達成に貢献している。制御鍛造サブグループの研究開発実施体制を図②-2)-3に示す。

「②-2) 組織・特性分布を予測する鍛造プロセスのバーチャルラボシステム基盤技術の開発」は各材質予測モジュール開発と材質予測 FEM (Finite element method : 有限要素法) 鍛造システムの開発に大別される。各材質予測モジュールについては図②-2)-4に示すように企業の助成研究との連携を図りつつ、効率的に研究の実施と目標の達成を遂行してきたが、平成20年度に研究集約化のためいくつかのモジュールについて研究項目の中止を決定した。

本研究項目はビレットの初期加熱時から鍛造部品の組織、強度分布を一貫してシミュレーション出来る点が特徴である。そのため各モジュール間の相互作用が強く、最終的な強度分布を実用レベルで予測するためには全てのモジュールの予測精度を一定レベル以上まで押し上げる必要がある。そのため研究が終了したモジュールについても各機関で最低限のデータベースの追加やモデル化を行っている。



図②-2)-3 制御鍛造サブグループの研究開発実施体制



図②-2)-4 「②-2) 組織・特性分布を予測する鍛造プロセスのバーチャルラボシステム基盤技術の開発」研究体制

②-2) - 3 開発目標の達成状況

「組織・硬さ分布予測可能なシステムの構築（一般的な鍛造プロセス使用）」という中間目標を掲げていたが、鍛造用部品の力学特性の中で最も重要な降伏強度の予測が可能なシステムを今年度中に構築予定である。研究を継続して行っている「VC析出物の定量化」「相変態予測モジュールの開発」「組織-特性予測モジュールの開発」については中間目標を上回る成果が順調に得られている。研究集約化のために研究が終了した項目についても各機関で分担し、中間目標を達成予定である。

総合的には中間目標を上回る成果が得られる予定であり、今年度中にはベース鋼であるS45C鋼、S45C+0.3%V鋼のオーステナイト域加工後に冷却するという一般鍛造プロセスについて適用可能再結晶、粒成長、相変態、強度といった冶金学的現象をシミュレーション可能なシステムを構築予定である。

| 研究開発項目 | 中間目標 | 最終目標 | 成果 | 達成状況 | 最終目標の達成に向けた今後の取り組み |
|---|-----------------------------------|--|--|------|--|
| ②-2)組織・特性分布を予測する鍛造プロセスのバーチャルラボシステム基盤技術の開発 | 組織・硬さ分布予測可能なシステムの構築（一般的な鍛造プロセス使用） | 組織・硬さ分布予測可能なシステムの構築（開発鍛造プロセスを利用した、プロトタイプ試作モデルの強度測定によるシステム検証） | VCのオーステナイト中、フェライト中、ならびに相界面析出予測モジュールを構築し、一般鍛造プロセスにおけるV添加非調質鋼の組織と降伏強度の分布予測可能な有限要素解析システムを構築 | ◎ | <ul style="list-style-type: none"> ●開発鋼のプロトタイプ鍛造プロセスに適用可能なモジュール開発する ●予測精度検証とモジュール間の連携強化による予測精度の向上に取り組む |

投稿論文：0件

表②-2)-1 「②-2) 組織・特性分布を予測する鍛造プロセスのバーチャルラボシステム基盤技術の開発」開発目標達成状況

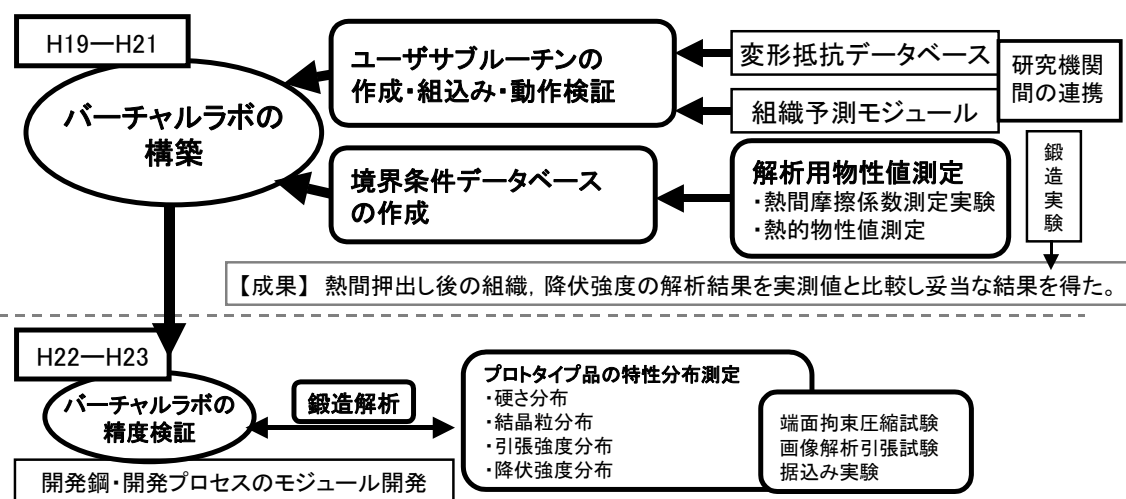
②-2) - 4 検討内容

②-2) - 4) - 1) 材質予測 FEM 鍛造システムの概要と開発状況

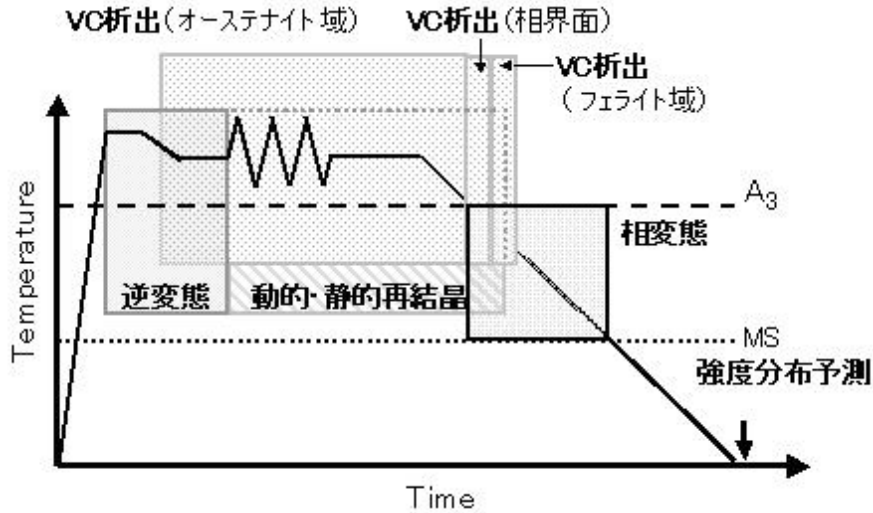
VC 析出と再結晶、相変態、強度の相互作用を取り入れた、世界初のシステム構築を目的として、ユーザーサブルーチンの作成と FEM 鍛造システムへの実装を目標通りに行い、熱間摩擦係数などの解析に必要な物性値の測定についても行った。各企業に試用版を配布し、助成事業における高強度化プロセス設計に貢献した。

a. 材質予測 FEM 鍛造システムの概要

図②-2)-5 に材質予測 FEM 鍛造システム(バーチャルラボ)構築のための実施項目を示す。組織予測において、組織変化を支配する各種熱力学ならびに冶金学的支配方程式をすべて満たす解を求めることによって組織予測を行う強連成組織予測式群である精査モデルでは、解が理論的に厳密で求められるが、計算に時間を要し非線形性が高く FEM への適用は技術的に困難で工業的に見合わない。そのため、その精査モデルをもとに主に時間に対する偏微分定式化によって得られた増分型予測式を用い、変形解析における負荷経路に沿った各種組織変化量を積算することによって組織予測を行う弱連成予測式群の簡易モデルを用いた。さらに各種予測モジュールを有機的に連携し高精度予測を検討した。各グループが導出した中炭素鋼の熱間変形抵抗(熱間変形抵抗モジュール)、鍛造における動的・静的再結晶ならびに結晶粒成長予測(再結晶・粒成長モジュール)、VC の γ 域析出、(VC 固溶・析出予測モジュール)、フェライト、パーライトおよびベイナイト変態予測(相変態予測モジュール)、最終的な降伏強度分布予測(組織-特性予測モジュール)の簡易モデルをユーザーサブルーチンとして作成し、統合して鍛造用 FEM 解析ソフトに組み込み解析を実施した。図②-2)-6 に制御鍛造プロセスにおけるバーチャルラボモジュール群連携のイメージを示した。



図②-2)-5 材質予測 FEM 鍛造システムの開発



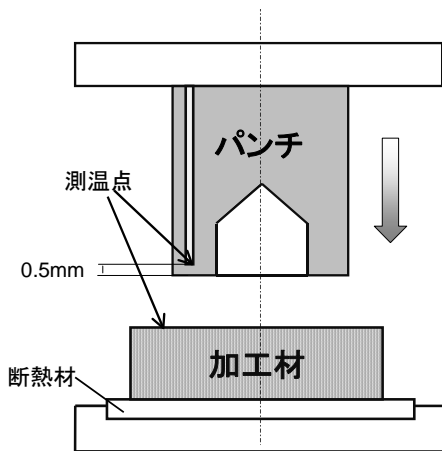
図②-2)-6 バーチャルラボモジュール群の連携

b. 解析条件

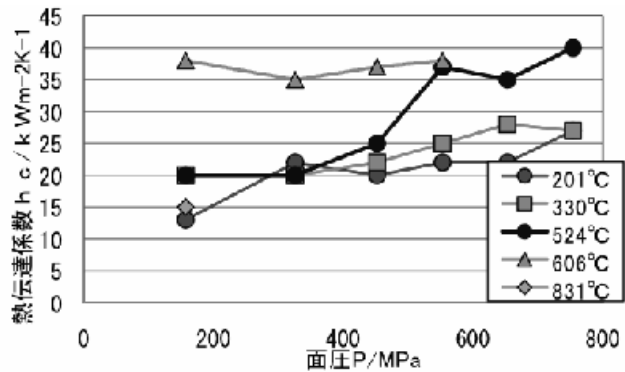
解析ソフトとして DEFORM-2D を用い、軸対称剛塑性解析として、大気温度 30°C、材料 S45C (K1 材：素材外径 11mm、押し比 1.8) を 1200°C で均熱した状態から鍛造温度である 1000°C、900°C まで放冷したのちにパンチ速度 200mm/s (等速) で無潤滑の条件下で前方押し出しをし、その後室温まで放冷する条件で解析した。

c. FEM 解析用物性値の測定

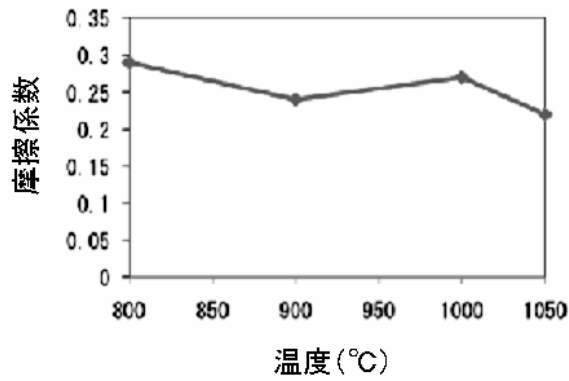
素材と工具間の熱伝達係数は、図②-2)-7 に示すような外径 12mm、内径 6mm の SKD61 リング状パンチに外径 0.3mm の K 熱電対を埋め込み、パンチ先端から 0.5mm の位置の温度の時間変化を各種の面圧レベルで実測し、あらかじめ解析で求めた校正曲線から導出した。図②-2)-8 に測定結果を示す。面圧、温度により変化することがわかる。今後データを蓄積してデータベースを作成し、システムに組み込む予定である。



図②-2)-7 熱伝達係数測定金型

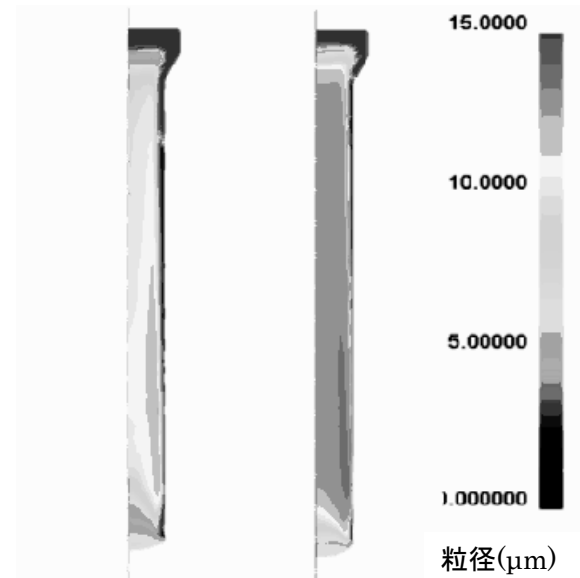


図②-2)-8 熱伝達係数測定結果



図②-2)-9 熱間鍛造における摩擦係数の測定結果

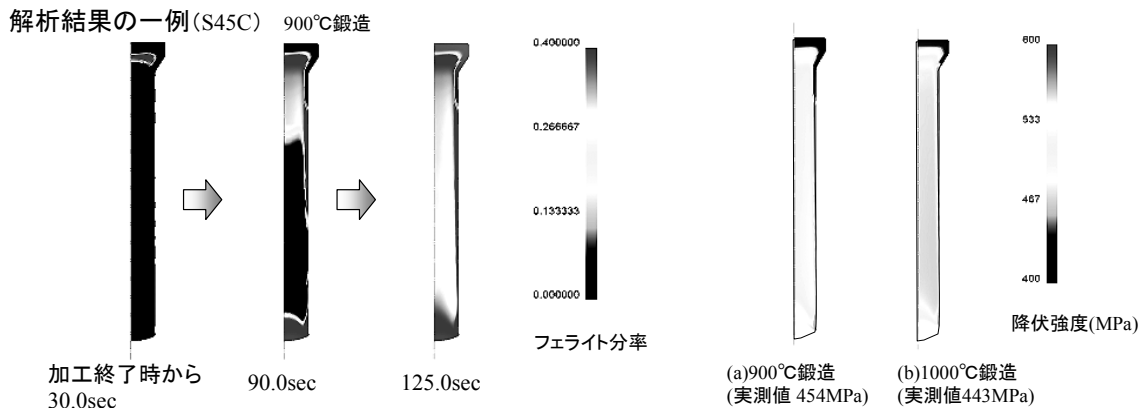
熱間での摩擦係数はリング圧縮試験法^②により求めた。図②-2)-9に測定結果の例を示す。今後実鍛造で使用される黒鉛系や白色系潤滑剤を塗布したときの摩擦係数を測定し、データベース化する予定である。



(a)900°C鍛造 (b)1000°C鍛造

図②-2)-10 変態終了後のフェライト粒径分布

各種組織予測モジュール(動的・静的再結晶, 相変態, VC析出, 強度予測)
それぞれをDEFORMに組み込み, 押し出しの変形解析を実施. 組織, 強度分布を解析



解析モード: 軸対称剛塑性解析(DEFOR-2D), 加工速度: パンチ速度200mm/sec(等速)
 工具初期温度: 室温30°C(大気も同様), 変形抵抗: S45C(20-1100°C DB)
 解析条件: ①鍛造温度1000°C → 鍛造 → 放冷, ②鍛造温度900°C → 鍛造 → 放冷
 素材: S45C, S45C+0.3V

図②-2)-11 フェライト分率および降伏強度の解析結果

d. 解析結果

図②-2)-10 に変態終了後のフェライト粒径分布を示し、図②-2)-11 に 900、1000℃鍛造でのフェライト分率と降伏強度分布を示した。いずれも押し丸棒の縦断面右半分を示している。解析条件は図中に示した。降伏強度の実測値との誤差は約+40MPa 程度であった。

各種予測モジュールの有機的な連携、熱力学ならび冶金学に対応し、時間軸に沿った鍛造中の非定常な組織変化が簡易モデルで予測できた。

e. 最終目標に向けた今後の取り組み

各研究機関が作成した各モジュールをもとにユーザーサブルーチンを作成し、FEM 鍛造システムへの実装を行った。各種予測モジュールの有機的な連携、熱力学ならび冶金学に対応し、時間軸に沿った鍛造中の非定常な組織変化が簡易モデルで予測できた。またシミュレーションに必要な熱間摩擦係数などの解析用の物性値の測定を行った。暫定版の FEM 鍛造システムを各企業に配布し、プロセス設計に貢献した。

従来、低炭素鋼の材質予測は、圧延分野で進められ成果は報告されているが、本研究のような VC 析出を伴う中炭素鋼の熱間鍛造における組織・材質予測は例がなく先進的で、予測精度も現状でほぼ満足できるものであった。

今後さらに開発プロセスへ対応するために各モジュール間の連携強化による予測精度の向上や、必要な解析用の物性値を測定していく予定である。

参考文献

②-2)-1 久能木真人：科学研究所報告、30-2(1954)、63-92

②-2) - 4-2 変形抵抗モジュールの構築

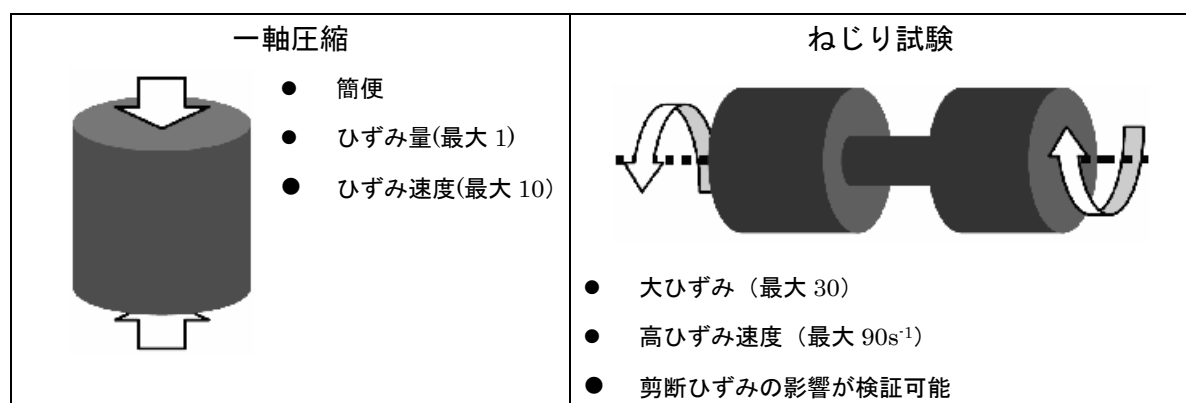
中炭素鋼の大ひずみ、高ひずみ速度域までの変形抵抗データ（世界初）の収集と変形抵抗モジュールの構築を行い、FEM 鍛造システムの変形抵抗の精度向上に貢献した。

鍛造プロセスのシミュレーションにおいて、入力値として変形を受ける被加工材の変形抵抗のデータベースが必要となる。数秒間の多段加工工程中に変形を受ける被加工材は、温度、ひずみ、およびひずみ速度の変化に対応した精度の高いデータが要求される。これは変形抵抗と加えられたひずみの大きさにより鍛造加工時の塑性変形による発熱量が変化し、加工部材内部に大きな温度分布もたらし、結果的にそれが組織形成に大きく影響を及ぼす為である。

実体の鍛造加工に対応したシミュレーションシステムを構築するためには、最大 100s^{-1} に至る種々のひずみ速度下での、相当ひずみが最大 5 に至る大ひずみ変形時の変形抵抗データを、種々の温度域で得ることが不可欠である。しかしながら、本研究が対象とする中炭素をベースとした鋼の、大ひずみ域の系統的な高温変形抵抗データは、世界的に見ても存在しない。また、それぞれのプロセスで対象とする温度域は、オーステナイト域からフェライト+オーステナイト域、そしてフェライト域までの広範囲にわたり、各条件下での組織形成状態も明らかにし、変形抵抗と組織の関連付けを行なう必要がある。

変形抵抗データベースは、最終的に FEM 解析に使用されるため、等温度・等ひずみ速度下での応力ひずみ曲線の形で定式化、あるいはデータベース化される。本プロジェクト内では、他の実験項目でも圧縮試験で変形抵抗データが一部得られるが、相当ひずみ 2-3 を超える大ひずみ域の変形抵抗データが得られるのは、本ねじり試験に依ってのみである。また、ねじり試験では、その他の試験の場合に避けられない摩擦の影響を排除でき、その他の試験から得られる変形抵抗データとの比較を行なうことによって、より精緻なデータベースが獲得できる。得られる系統的データベースは、鉄鋼材料の組織制御における貴重な基礎的データとして、我が国の重要な知的財産となることが期待される。

本研究では中炭素鋼の S45C 鋼に対して図②-2)-12 に示す熱間変形抵抗の測定手法（一軸圧縮、ねじり試験）を用いて熱間変形抵抗を測定し、定式化を行った。



図②-2)-12 熱間変形抵抗の測定手法とその特徴

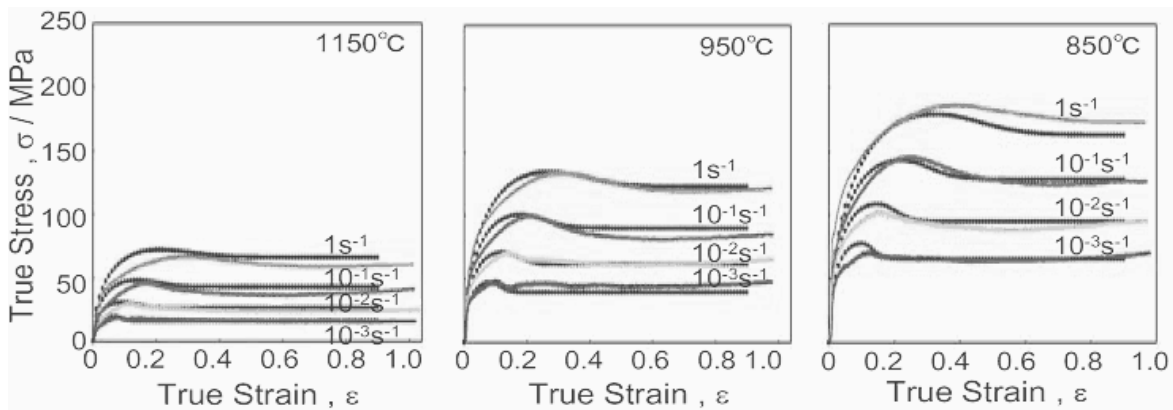
a. 一軸圧縮を用いた熱間変形抵抗測定

ベースである S45C 鋼に関して一軸圧縮を用いた熱間変形抵抗測定により得られた結果を図②-2)-13 に示す。加工中の熱間変形抵抗は一旦加工硬化により上昇した後に動的再結晶のため減少を起し、その後一定値となる。そのため図②-2)-14 に示すようにピークひずみの前後で式を分けて考えた。S45C 鋼についての式の係数を以下に示す。本実験により S45C 鋼の中高温域のひずみ 0-1、ひずみ速度 $10^{-3} \sim 1s^{-1}$ の変形抵抗データベース構築と定式化という成果が得られた。

$$\varepsilon \leq \varepsilon_p \text{ のとき } \dot{\varepsilon} = 8.0 \times 10^{11} \times \sinh(\beta\sigma)^{4.8} \times \exp\left(-\frac{Q_1}{RT}\right)$$

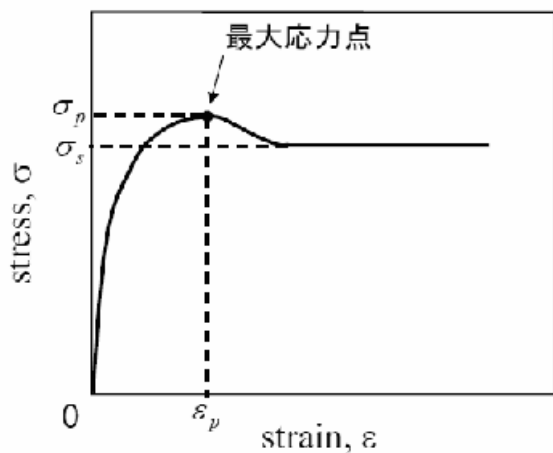
$$\varepsilon > \varepsilon_p \text{ のとき } \dot{\varepsilon} = 1.0 \times 10^{11} \times \sinh(\beta\sigma)^{4.5} \times \exp\left(-\frac{Q_2}{RT}\right)$$

$$\varepsilon_p = 2.6 \times 10^{-14} \times Z^{0.17} \times \left(\frac{1}{T}\right)^{-3.4}, \quad Q_1 = 328(\text{kJ/mol}), \quad Q_2 = 305(\text{kJ/mol}), \quad C_1 = 0.5, \quad C_2 = 3.4 \times \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{T}\right)^{-0.23}$$



図②-2)-13 一軸圧縮を用いた熱間変形抵抗測定結果

(黒線のカーブは後に示す定式化結果)



$$\varepsilon \leq \varepsilon_p$$

$$\frac{\sigma}{\sigma_p} = \left[\left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_p} \right) \exp\left(1 - \frac{\varepsilon}{\varepsilon_p}\right) \right]^{C_1}$$

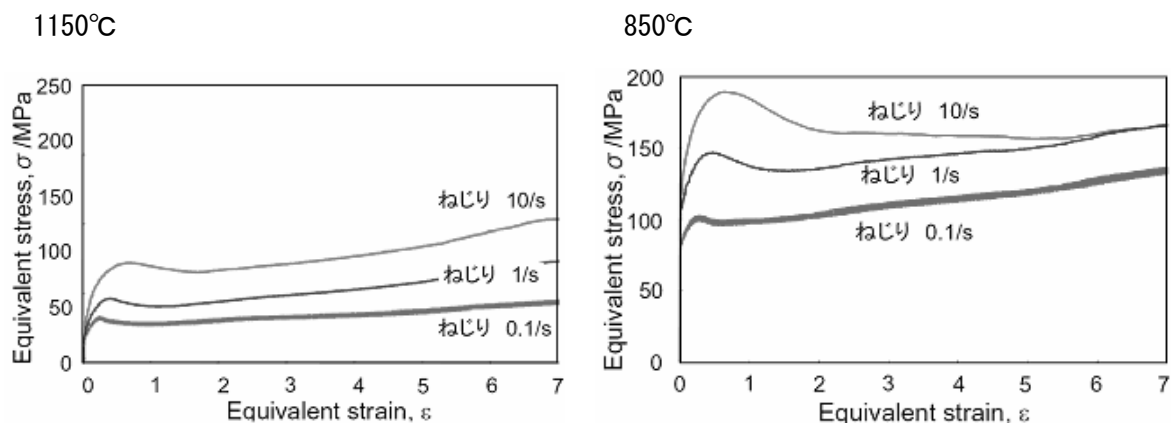
$$\varepsilon > \varepsilon_p$$

$$\sigma = \sigma_s + (\sigma_p - \sigma_s) \exp\left[C_2 \left(\varepsilon - \frac{\varepsilon_p}{2} - \frac{\varepsilon^2}{2\varepsilon_p} \right) \right]$$

図②-2)-14 変形抵抗定式化方法

b. ねじり試験機を用いた熱間変形抵抗測定

実体の鍛造加工に対応したシミュレーションシステムを構築するためには、最大 100s^{-1} に至る種々のひずみ速度下での、相当ひずみが最大 5 に至る大ひずみ変形時の変形抵抗データが必要である。そこで平成 19 年度の加速財源で購入したねじり試験機を用いて、大ひずみ、高ひずみ速度領域の変形抵抗データの収集を行った。得られた結果を図②-2)-15 に示す。一軸圧縮試験では得られなかった、大ひずみ、高ひずみ速度領域の変形抵抗が得られつつあったが、研究集約化のため研究が終了した。



図②-2)-15 ねじり試験機を用いた熱間変形抵抗測定結果

c. まとめと最終目標に向けた今後の取り組み

従来変形抵抗の測定は低炭素鋼の圧延分野を中心に研究が進められてきた経緯があるため、本研究のように中炭素鋼で鍛造を対象とした研究例は世界的に例のないものである。熱間ねじり試験の導入により、鍛造過程で発生する加工条件を網羅するための大ひずみ域、高ひずみ速度域に至る変形抵抗についての世界初のデータが得られることが確認できた。

今後は対象とする鋼種（V 添加鋼，開発鋼）について、上述 a.の一軸圧縮による測定法により、油圧サーボプレスを使用して変形抵抗を求める。この方法では、大ひずみ域までの測定は困難であるが、図②-2)-15 からひずみ量 1.5 以上の変形抵抗は、ひずみ量 1 近傍の値から外挿しても大きな誤差はないことが確認できるため、この方法を採用する。種々の温度、ひずみ速度に対する変形抵抗を測定し、変形抵抗データベースを構築して FEM 解析に使用可能とする。

②-2) -4-3 再結晶・粒成長モジュールの開発

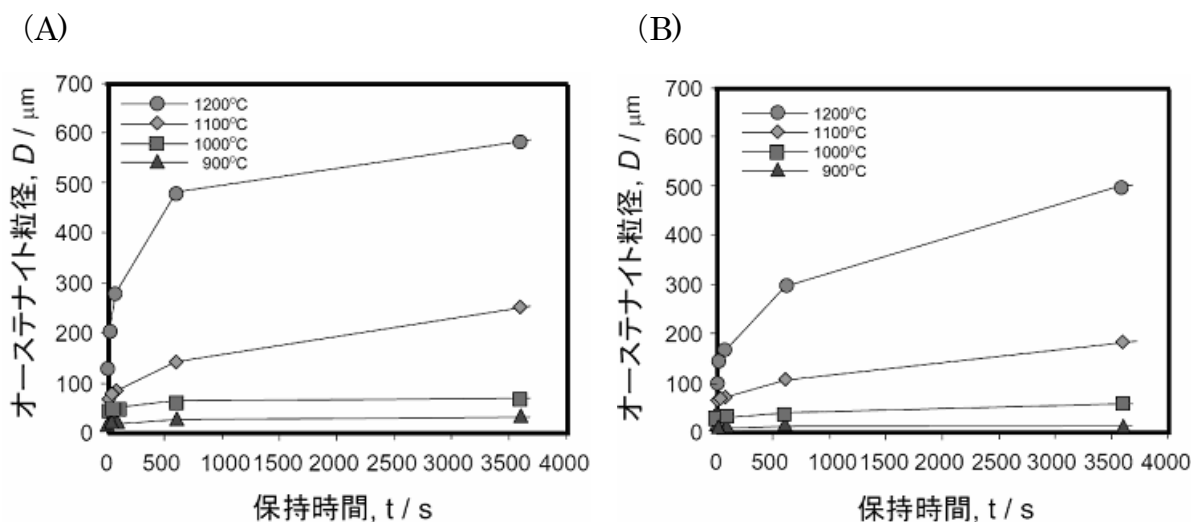
世界初となる中炭素鋼の動的・静的再結晶を考慮可能なモデル構築を目的として研究を行い、S45C 鋼の初期加熱時、熱間加工後の再結晶・粒成長過程のモデル化を行った。その結果、材質予測 FEM 鍛造システムにおけるオーステナイト粒径予測の精度向上に貢献した。

オーステナイト粒の再結晶・粒成長に関し、データベースに基づき組織形成モデルを構築し、モジュール化する。オーステナイト粒の再結晶・粒成長モジュールは、バーチャルラボシステムの中で、鍛造加工中あるいは加工後の γ 組織変化の予測を行うモジュールであり、予測されるオーステナイト組織状態は、後の相変態モジュールでの入力値として重要なパラメータとなり、最終的な強度予測の予測精度に対しても大きな影響を与える重要なモジュールとなる。鍛造品においては、部位によって加工および温度の履歴が異なるため、鍛造で想定し得る加工条件、温度履歴に十分に対応可能なモジュールとすると共に、鍛造中には金型への抜熱による急激な温度変化、鍛造方法に依存して加工速度の変化が生じるため、温度や加工速度の変化に対応可能な増分型のモジュールとする。

オーステナイト粒の再結晶・粒成長挙動は、加工中の動的再結晶挙動、加工後の静的再結晶挙動および粒成長挙動と分けて定義する必要があるため、それぞれにおいて再結晶率、結晶粒径の定式化およびモジュール化を行う。

a. 初期加熱後の粒成長

ビレットの初期加熱時の逆変態後に起こるオーステナイト粒成長についてモデル合金である S45C 鋼と S45C+0.3V 鋼について④-2) 助成研究提供の逆変態データベースをもとにオーステナイト粒径の成長の定式化を行った。図②-2)-16 に初期加熱時に各温度まで加熱し、その後各時間保持した時のオーステナイト粒径変化を途中水焼入れの実験で測定した結果を示す。その結果を以下の式のように定式化を行い、その結果を逆変態モジュールとしてバーチ



図②-2)-16 逆変態後のオーステナイト粒成長 (グラフ中の数字は保持温度)

ャルラボシステムに組み込んだ。

$$D_{\gamma} = A \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \cdot t^n$$

(D_{γ} : オーステナイト粒径、 t : 時間 (秒)、 Q : 見かけの活性化エネルギー)

S45C 鋼: $A=6.11 \times 10^{-1} [\text{m} \cdot \text{s}^n]$ 、 $Q=107 [\text{kJ/mol}]$

S45C+0.3V 鋼: $A=7.36 \times 10^{-1} [\text{m} \cdot \text{s}^n]$ 、 $Q=116 [\text{kJ/mol}]$

b. 熱間加工後の再結晶・粒成長

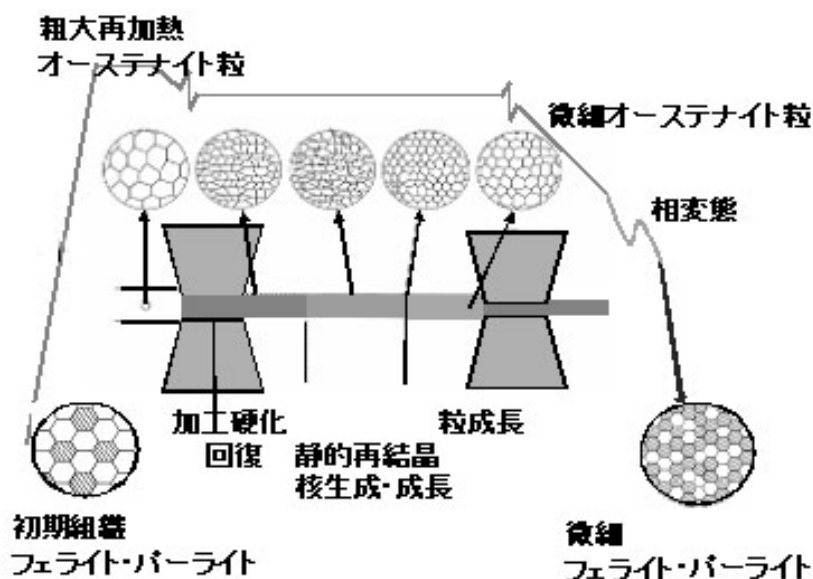
熱間加工後の再結晶・粒成長過程で起こる動的・静的再結晶の概念図を図②-2)-17 に示す。中炭素鋼の熱間加工では動的・静的再結晶ともに起こる可能性があるため、加工中の動的再結晶挙動、加工後の静的再結晶挙動および粒成長挙動と分けて定義する必要があり、それぞれにおいて再結晶率、結晶粒径の定式化およびモジュール化を行った。S45C 鋼について④-2) 助成研究の再結晶・粒成長データベースをもとに 50%再結晶時間に着目して以下のように定式化を行った。

$$X = 1 - \exp\{-0.693(t/t_{0.5})^k\} \quad k=1.2$$

$$t_{0.5} = 7.2 \times 10^{-11} S_v^{-0.96} \varepsilon^{-2.1} \dot{\varepsilon}^{-0.2} \exp(20400/RT)$$

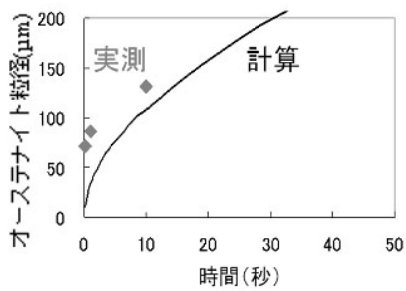
$$S_v = \{1.67(\varepsilon - 0.1) + 1\} (2000/d) \quad d(\mu\text{m}) r^2 - r_0^2 = (\lambda R / 4\sigma V D_{gb}) \cdot t$$

得られた結果を S45C 鋼 1250°C γ 化材を 1150°C 40%加工について適用した結果が図②-2)-18 である。オーステナイト粒径の変化挙動をよく表している。

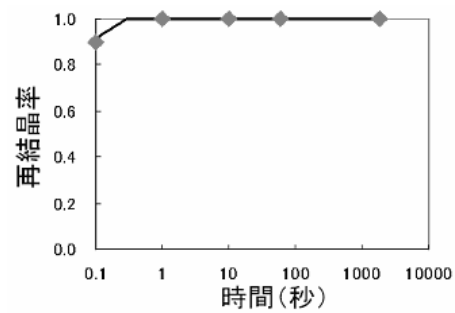


図②-2)-17 再結晶・粒成長過程で起こる動的・静的再結晶の概念図

(A) オーステナイト粒径の時間変化



(B) 再結晶率の時間変化



図②-2)-18 S45C 鋼 1250°Cオーステナイト化材を 1150°C40%加工した後のオーステナイト粒径、再結晶率の時間変化 (◆：実測値、曲線：計算値)

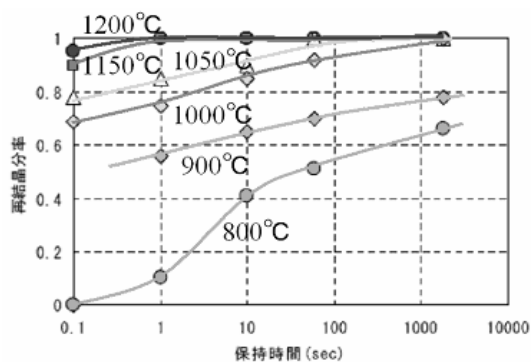
c. まとめと最終目標に向けた今後の取り組み

低炭素鋼の圧延過程を想定した再結晶・粒成長のモデル化は研究例が多いが、中炭素鋼については静的・動的再結晶が幅広い温度域でおこるため今までに研究例がなかった。今回幅広い温度域でデータベース化を行い、中炭素鋼の再結晶・粒成長過程に関して静的・動的再結晶を考慮可能なモデル化を行うことができた。

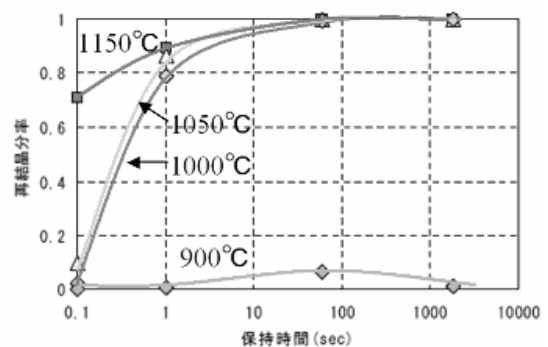
また図②-2)-19 で示されているように S45+0.3V 鋼の 1000°C以下の加工では加工中の VC 析出により再結晶が抑制されている。また図②-2)-16 の逆変態後のオーステナイト粒成長についても S45+0.3V 鋼ではオーステナイト粒径が S45C 鋼と比較して小さいことからオーステナイト粒界への V 偏析によるドラッグ効果も再結晶に影響を与えていることが考えられる。S45+0.3V 鋼の再結晶・粒成長モジュールの開発においては V 偏析によるドラッグ効果と加工中の VC 析出によるピン止め効果を導入する必要があると考えられる。研究集約化のため既に研究は終了しているが再結晶モジュールにこれらの効果を取り入れる必要があるため研究を継続して行う。

再結晶は初期のオーステナイト粒径に大きく影響を受けることが知られているが、現状までの再結晶データは初期オーステナイト粒径およそ 500μm であるため、今後は初期加熱温度

(A) S45 鋼



(B) S45+0.3V 鋼



図②-2)-19 各温度で加工後の再結晶率の時間変化

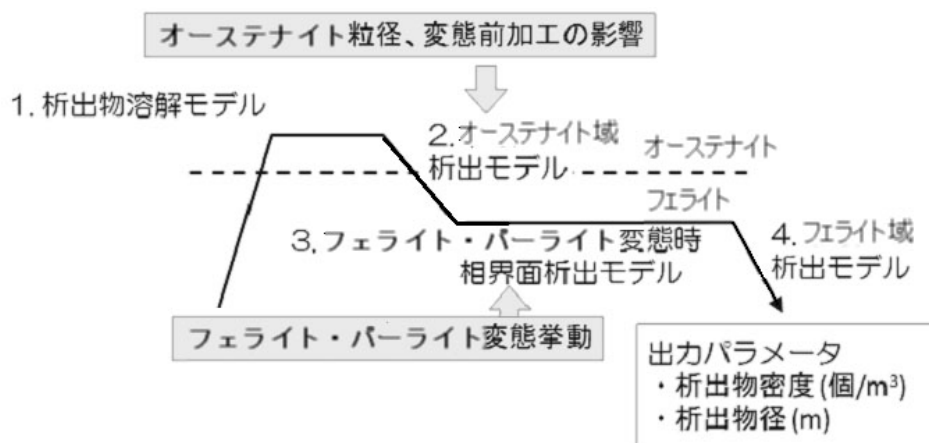
を変えることで V 固溶量と初期オーステナイト粒径を変化させた時のデータを収集し、S45C 鋼の予測精度向上と S45C+0.3V 鋼についてのモデル化を行う予定である。

②-2) - 4-4 VC 固溶・析出モジュールの開発

オーステナイト・フェライト中での VC 析出組織を予測できるモデル開発を目的として研究を行い、オーステナイト中および相界面析出での VC 析出の実験的解明とオーステナイト中・フェライト中析出モデルの構築という成果が得られた。その結果 VC 析出を組み込んだバーチャルラボシステムの構築に貢献した。

VC 固溶析出予測モジュールの全体像を図②-2)-20 に示す。モジュールは(1)析出物溶解モデル、(2)オーステナイト域析出モデル、(3)フェライト・パーライト (オーステナイト→フェライト (パーライト)) 変態時相界面析出モデル、(4)フェライト域析出モデル、の 4 モデルから構成される。本研究項目では、モデル化のための(1)加熱時の析出物溶解挙動、(2)オーステナイト域析出挙動および(3)相界面析出挙動の実験的解明およびこれら実験事実に基づく VC 固溶・析出モジュールの構築を行う。なお、(4)のフェライト域析出に関してはオーステナイト→フェライト (パーライト) 変態後の保持中の析出組織変化として取り扱う。

a. 加熱中の析出物溶解挙動



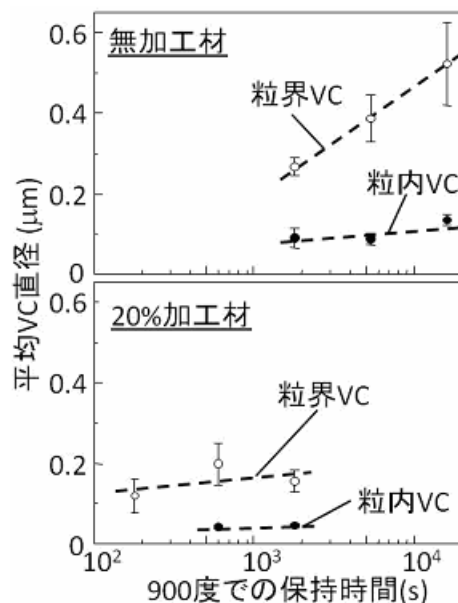
図②-2)-20 VC 固溶析出モジュールの全体像

ここでは加熱時のオーステナイト中の固溶 V 量を見積もる。0.3%V 添加中炭素鋼を 1123 ~1273 K で長時間保持した際の未固溶 V 量の測定値(④-2)参照)は熱力学計算ソフト Thermo-Calc を用いた計算結果と良く一致することが確認された。また、0.3~0.9%V 添加中炭素鋼を 10K/s で 1123~1523K まで加熱し 60s および 600s 保持した際の未固溶 V 量(④-2)参照)も保持時間によってほぼ一定で、やはり Thermo-Calc の計算結果とほぼ一致した。したがって、加熱時の VC 固溶速度は速く短時間で平衡状態に達すると考えられるため、オーステナイト中固溶 V 量は最高加熱温度での Thermo-Calc による計算結果を用いることで予測可能であることが明らかとなった。

b. オーステナイト域での VC 析出挙動

図②-2)-21 は 1173K 保持中にオーステナイト中で析出した VC 粒子サイズの変化を無加工材および 1173K で 20%の加工を加えた 0.3%V 添加中炭素鋼について調べたものである。これを見ると、加工の有無に関わらず粒界に生成した VC は粒内に生成したものよりも大きい。一方、加工を施した試料ではより短時間の保持で VC が生成しており、1173K での加工により VC 析出が促進されることがわかる。加工によって VC 粒子の密度が増加すると共に VC 粒子サイズは粒界、粒内共に細くなる。オーステナイト粒径から粒界、粒内に生成した VC 量を評価した。

ところ、粒界に生成する VC 量は析出 VC 量の 1～5%程度であり、オーステナイト中ではほとんどの VC がオーステナイト粒内に析出することが明らかとなった。



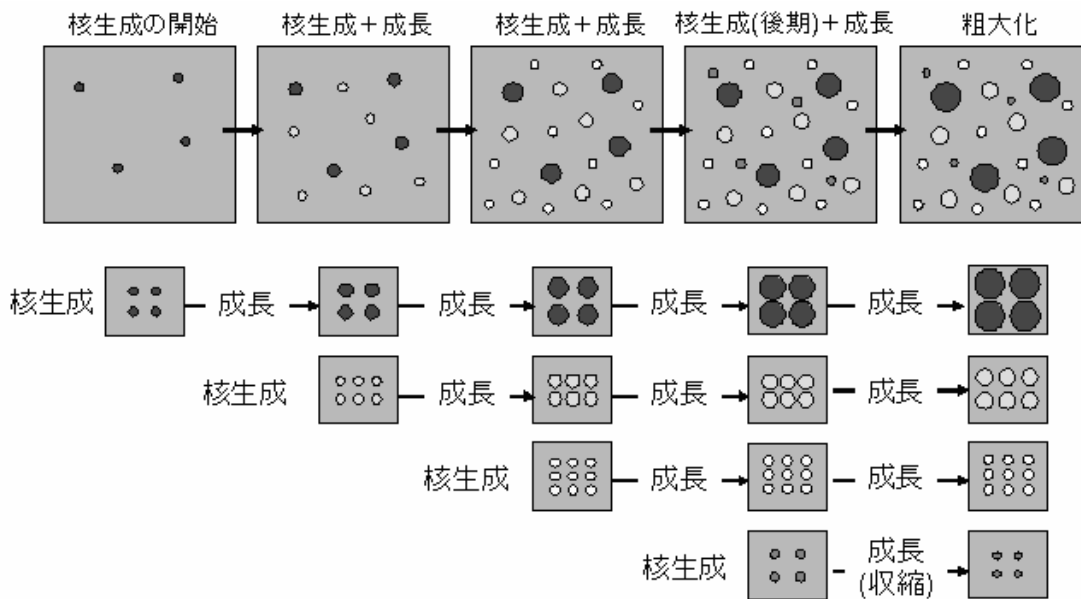
図②-2)-21 1173K 保持によりオーステナイト中で析出した VC 粒子の平均直径

c. パーライト変態時相界面析出および α 域析出モデル挙動

オーステナイト→フェライト（パーライト中）変態時の相界面析出については、変態温度が低く添加 V 量が多いほど、フェライト中・パーライト中 VC 析出の粒子サイズの微細化および数密度の増加が起こることを定量的に明らかにしている（項目②-1)-4-1 参照）。その平均直径は 10nm 以下であり、オーステナイト中で生成したものとは比べ著しく小さい。等温変態した無加工材については、変態完了後の保持中の変化も含め VC 分布の定量化が完了している。V 添加材では変態完了後同じ温度で保持することで時効硬化するが、顕著な分布の変化は見られない。

d. VC 固溶・析出モジュールの構築

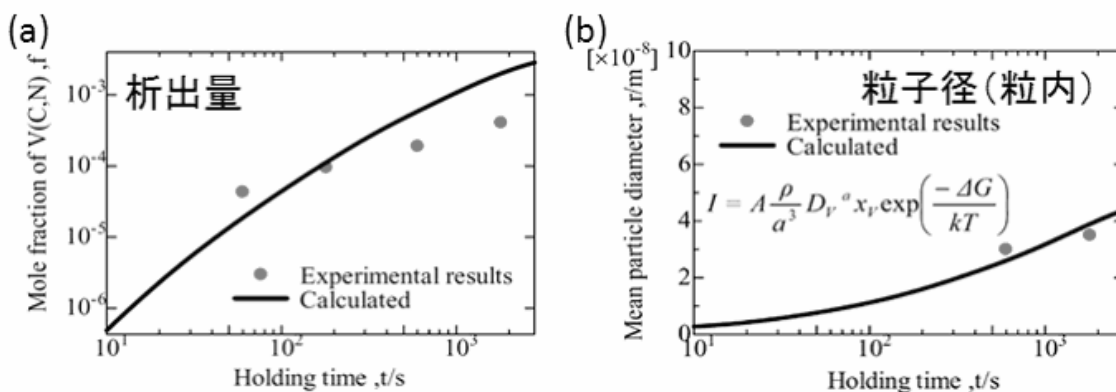
以上を踏まえると、中炭素鋼での VC 析出モジュールは、①析出現象の物理に基づいたモデルであること、②析出強化量の評価に必要な析出量、密度、サイズが出力できること、③析出サイト（ γ 粒界／粒内、初析フェライト中／パーライト中）ごとの析出挙動の違いを考慮できること、④加熱冷却時の連続的な温度変化の中での析出を取り扱えることが必要である。このような条件を満たすモデルとして、バルク材での析出現象を扱う際に利用される N モデル(Numerical モデル)をベースとしたモデルの可能性について検討を行った。図②-2)-22 に示すように、N モデルでは微小時間に起こる核生成、界面エネルギーを考慮した成長を逐次計算することで、核生成、成長、粗大化を一貫して取り扱うことができる。核生成は古典論を用い、成長は合金元素の拡散律速を仮定して、熱力学および拡散係数のデータ、界面エ



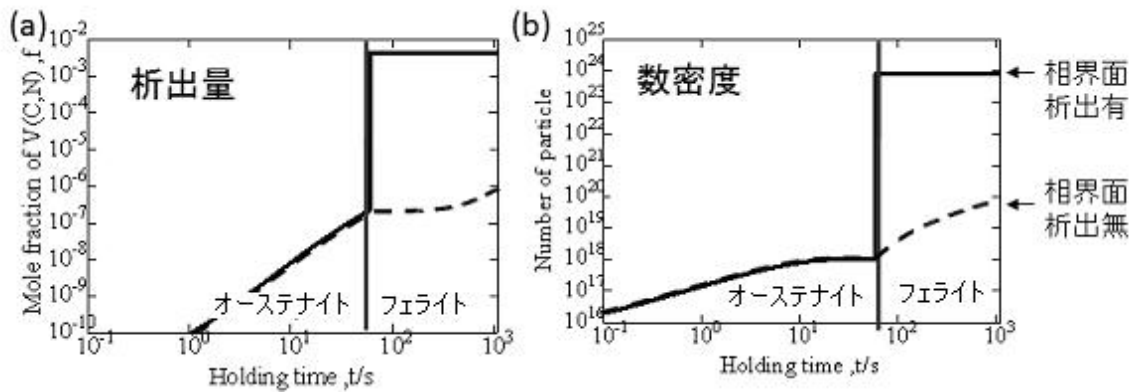
図②-2)-22 Nモデルの概略図

エネルギー、核生成サイト密度等のパラメータを与えればオーステナイト中の VC 析出に応用可能である。更にフェライト/オーステナイト界面での核生成速度をモデル化することで、相界面析出へも適用可能と考えている。また、変態完了後の保持過程においても、フェライト中の核生成/成長として取扱うことで応用が可能である。

図②-2)-23 に N モデルより得られた 973K におけるオーステナイト中での析出 VC の(a)析出量、(b)平均粒子半径を示す。いずれも保持時間が長くなるほど単調に増加し、●で示す実験結果と良く一致している。図②-2)-24 はフェライト変態を考慮した条件で S45C+0.3V 鋼の 873K 等温保持中の VC 分布を計算した結果である。オーステナイトおよびフェライト中での VC 析出のみを考慮した場合(図中破線)では、フェライト変態後も連続的に析出量およびサイズが増加しているが、フェライト変態時の相界面析出を考慮すると(図中実線)フェライト生成に伴う不連続な VC 分布の変化を扱うことが可能である。



図②-2)-23 計算より得られた 973K におけるオーステナイト中での析出 VC の(a)析出量、



図②-2)-24 873K 等温変態中の析出 VC の(a)析出量、(b)粒子径。実線は相界面析出を考慮したもの、破線は考慮しないものである。

e. まとめと最終目標に向けた今後の取り組み

従来、オーステナイト中およびフェライト中の VC 析出挙動を予測できる析出モデルは存在しなかったが、本項目では、オーステナイト中および相界面での VC 析出を初めて実験的に解明し、N モデルを用いることで析出現象の物理モデルに基づいてオーステナイト中およびフェライト中の VC 析出の一貫モデルを構築することに成功した。本成果は、VC 析出を組み込んだバーチャルラボシステムの構築に大きく貢献している。

今後、析出組織予測モデルの高精度化と合わせて、新たに導入した TEM 内引張ホルダーを用いて析出粒子と運動転位の相互作用挙動を直接観察することで VC 析出による強化機構を解明し、析出強化量を見積もる組織-特性予測モジュールの開発(項目②-2)-1-1-7)と連携しながらモデルを構築していく。また、鍛造部材の場所ごとに異なる熱履歴を計算する Deform に固溶・析出予想モジュールを組み込む際には、N モデルを簡易化した Langer-Schwartz モデルを用いることで、N モデルと同一の物理式を用いつつ計算時間の短縮化を図る予定である。

②-2) - 4 - 5 相変態予測モジュールの開発

VC 析出と相変態の相互作用を考慮可能なモデル開発を目的として研究を行い、S45C、S45C+0.3V 鋼の無加工材、加工材の相変態速度と組織因子が予測可能なモジュールを構築した。そのことで FEM 鍛造システムを用いた加工熱処理プロセス設計に貢献した。

a. フェライト・パーライト変態のモデル化

フェライトの核生成は均一核生成を仮定し、成長はパラボリックレイトコンスタントから計算し、粒径については核生成数とフェライト体積率から算出した。モデル式を式②-2)-1~2 に示す。 $X_{ferrite}$: 体積分率、 $I(T)$: フェライト核生成速度、 $\alpha(T)$: パラボリックレイトコンスタント、 t : 反応時間、 D : オーステナイト中の炭素の拡散係数、 C_γ : フェライト/オーステナイト界面のオーステナイト側の炭素濃度、 C_α : フェライト中の炭素濃度、 C_0 : 平均炭素濃度、 T : 変態温度である。

$$X_{ferrite} = 1 - \exp\left(-\frac{\pi}{24} I(T) \alpha(T)^3 t^{5/2}\right) \quad \text{式②-2)-1}$$

$$\alpha(T) = \frac{D^{1/2} (C_\gamma - C_0)}{(C_\gamma - C_\alpha)^{1/2} (C_0 - C_\alpha)^{1/2}} \quad \text{式②-2)-2}$$

パーライト変態はサイトサチュレーション、成長速度一定を仮定した。パーライト体積分率は式②-2)-3 で表される。ラメラ間隔は式②-2)-4 に示すように過冷度に反比例すると仮定してモデル化をした。 $X_{pearlite}$: 体積分率、 $K(T)$: 変態速度定数、 S_0 : ラメラ間隔、 k : 定数、 T_E : 共析温度、 T : 変態温度である。

$$X_{pearlite} = 1 - \exp(-K(T)t) \quad \text{式②-2)-3}$$

$$S_0 = k / (T_E - T) \quad \text{式②-2)-4}$$

b. フェライト・パーライト変態予測式の定式化

フェライト成長速度は Thermo-calc を用いた熱力学計算で平衡濃度を計算した。フェライト核生成速度は等温変態実験で得られたフェライト変態時間から算出し、定式化した (式②-2)-5)。加工付与によるオーステナイト粒微細化による核生成促進の影響を式②-2)-6 の形で取り入れた。

$$\log I(T) = \log\{-\ln(1 - X)\} - 3\log(\alpha(T)) - \frac{5}{2}\log(t_{ferrite}) - \log\frac{\pi}{24} \quad \text{式②-2)-5}$$

$$I(T) = I'(T) \cdot d_\gamma^n \quad \text{式②-2)-6}$$

パーライト成長速度は等温変態実験から得られた 50%変態から変態完了までの時間をもとに定式化した (式②-2)-7)。フェライト変態と同様に式②-2)-8 の形でオーステナイト粒径の依存性を取り入れた。パーライト変態開始点は変態開始時における過冷オーステナイト中の

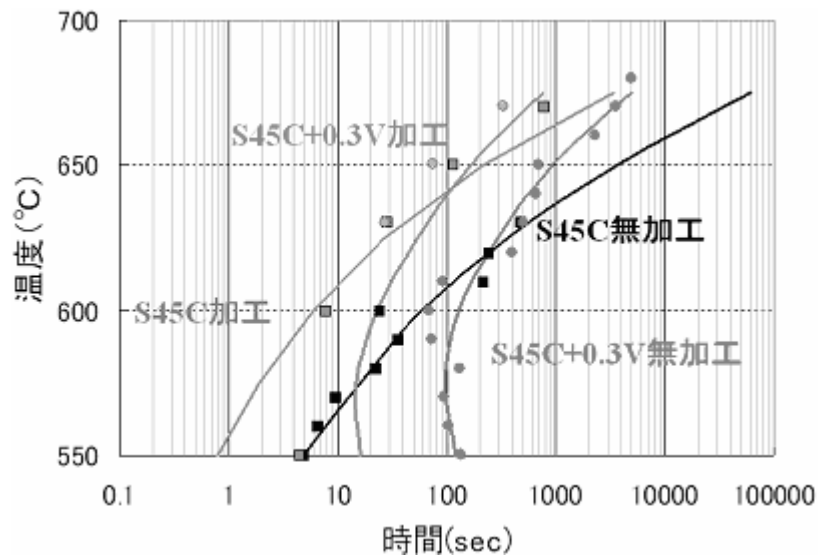
炭素濃度の実験値をもとに定式化した。

$$K(T) = \ln 50 / t_{0.50-0.99} \quad \text{式②-2)-7}$$

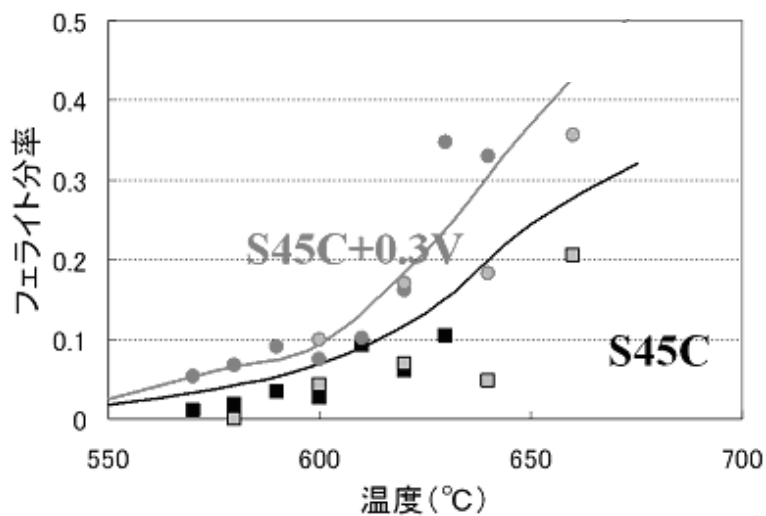
$$K(T) = K'(T) \cdot d_{\gamma}^n \quad \text{式②-2)-8}$$

c. 予測精度の確認と材質予測 FEM 鍛造システムへの導入

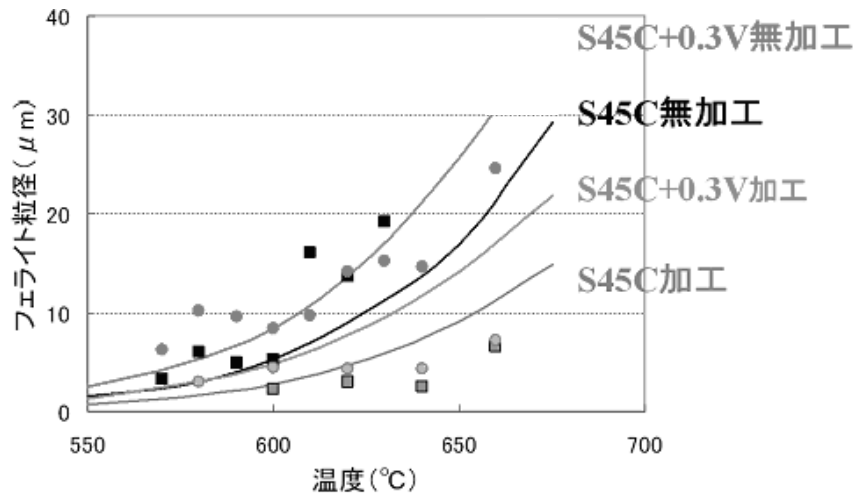
予測精度の確認のために fortran を用いて相変態予測プログラムを作成し、ベース鋼である、S45C と S45C+0.3wt%V 鋼について等温変態過程の計算を行った。変態完了時間の計算結果と実験結果の比較を図②-2)-25～27 に示す。無加工材、加工材ともに実験値によく一致した結果が得られている。フェライト分率やフェライト粒径についても実験値とよい一致を示している。



図②-2)-25 等温変態材の変態完了時間の計算結果と実験結果の比較



図②-2)-26 等温変態材のフェライト分率の計算結果と実験結果の比較



図②-2)-27 等温変態材のフェライト粒径の計算結果と実験結果の比較

予測精度を確認した後、モデル式を名古屋大学に提供し、材質予測 FEM 鍛造システムへ導入した。

d. まとめと最終目標に向けた今後の取り組み

フェライト/オーステナイト界面付近のバナジウム、炭素の濃度分布が変態中の VC 析出により変化するため、相変態の進行は VC 析出挙動により影響を大きく受ける。そのため変態中に VC 析出を伴う場合、相変態へ与える影響のモデル化は VC 析出モデルとの密接な連携が必要である。本モジュールは変態中の VC 析出の影響を世界で初めて取り入れたモデルの開発を目標としている。

現状モデルでは多くの部分を実験値のフィッティングに頼っており、実験を行った鋼種のみで適用が可能であるが、将来的には熱力学計算に基づいた理論モデルを構築する予定である。フェライトの核生成は介在物などに敏感に影響されるので理論モデルの構築は難しいが、他のフェライト分率（パーライト変態開始）、ラメラ間隔、パーライト成長速度についてはある程度の鋼種の変化に対応可能な、熱力学ベースの予測モデルを構築予定である。

②-2) - 4 - 6 組織-特性予測モジュールの開発

VC析出形態を考慮可能な降伏強度予測式の構築を目的として研究を行い、中炭素鋼以外にも適用可能で析出形態を考慮した降伏強度予測式が今年度中に構築予定である。材質予測FEMシステムにおける降伏強度分布の予測精度の向上に貢献した。

a. 組織-特性予測データベース

新日鐵実施の組織-特性予測データベースの構築においてはベース鋼であるS45CとS45C-0.3V鋼について前方押し出し加工を行い、加工後放冷した試料について引張試験、硬さ試験、組織の定量化を行い、組織と降伏強度の関係を明らかにした。

また住友金属小倉からV添加S25C、S75Cの等温変態材、押出加工材の組織-特性データも提供していただいた。その結果低炭素から共析鋼までの幅広い組成の鋼の降伏強度予測式を構築することが可能となった。中炭素鋼のフェライト分率を②-1)-1-3で豊橋技術科学大学が実施している微小引張試験により得られた組織-特性データもデータベースとして追加した。さらにフェライト粒径やパーライトラメラ間隔の変化が降伏強度へ与える影響の予測精度を向上させる目的で、フェライト単相とパーライト単相のデータとして材質予測ワーキンググループのデータも使用した。

これらのデータベースの追加により、ベース鋼以外にも適用できる降伏強度予測式を構築することが可能となった。

b. V無添加材の降伏強度予測式の構築

フェライト単相材、S25C、S45C、S75C鋼についての組織-降伏強度データから降伏強度予測式を構築した。基本的には降伏強度はフェライトとパーライトの降伏強度の分率平均で表されると仮定し、フェライトの降伏強度はフェライト粒径のみに、パーライトの降伏強度はパーライトラメラ間隔とセメンタイト率で表されるという仮定で定式化を行っている。降伏強度に対する粒径依存性やラメラ間隔依存性は従来の研究を参考にして指数を決定した。以上のことからV-Zを定数してと式②-2)-9のように表される。ここで f_F : フェライト分率、 d_F : フェライト粒径 (μm)、 S_0 : ラメラ間隔 (μm)、 f_0 : パーライト中のセメンタイト率である。

$$\text{降伏強度} = V \cdot f_F + W \cdot f_F d_F^{-1/2} + X \cdot (1 - f_F) S_0^{-1/2} + Y \cdot (1 - f_F) f_0 + Z \quad \text{式②-2)-9}$$

定式の定数V-Zを重回帰分析により最適化して②-2)-10の得られた。R²値は0.93であり、低炭素から共析鋼までの降伏強度を精度良く予測できる式を構築することができた。

$$\text{降伏強度} = 280 f_F + 370 f_F d_F^{-1/2} + 190 (1 - f_F) S_0^{-1/2} + 2200 (1 - f_F) f_0 - 120 \quad \text{式②-2)-10}$$

c. V 添加材の降伏強度予測式の構築

V 添加鋼の析出強化量を、V 添加鋼の実測値と、V 無添加鋼の降伏強度予測式を用いた時の予測値の差から算出した。合金の炭素量と V 量が多いほど析出強化量が多くなる傾向にあるので②-2)-11 のような形で析出強化量が表せると仮定して重回帰分析を行い、式②-2)-12 を得た。ここで $\Delta\sigma_{\text{prep}}$ は析出強化量 (MPa)、 C_Y はオーステナイト中の固溶炭素量 (wt%)、 V_Y はオーステナイト中の固溶 V 量 (wt%) である。

$$\Delta\sigma_{\text{prep}} = A \cdot C_Y + B \cdot V_Y + C \quad \text{式②-2)-11}$$

$$\Delta\sigma_{\text{prep}} = 370 C_Y + 1300 V_Y - 190 \quad \text{式②-2)-12}$$

以上のことから V 添加鋼の降伏強度予測式は式②-2)-13 のように表される。

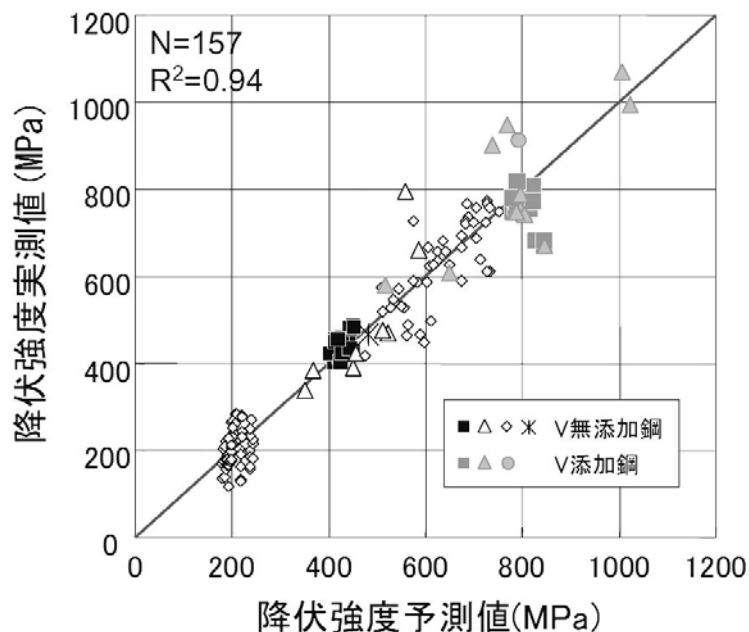
$$\text{降伏強度} = 280 f_F + 370 f_F d_F^{-1/2} + 190(1-f_F) S_0^{-1/2} + 2200(1-f_F) f_\theta - 120 + (370 C_Y + 1300 V_Y - 190) \quad \text{式②-2)-13}$$

d. 予測精度の確認

V 無添加鋼と V 添加鋼の降伏強度の予測値と実測値を比較すると図②-2)-28 のようになる。 R^2 値は 0.94 であり、低炭素～共析鋼の幅広い組成で V 無添加鋼、V 添加鋼ともにより精度で予測が出来ていることが分かる。

e. まとめと最終目標に向けた今後の取り組み

V 無添加/V 添加の低炭素鋼、中炭素鋼、共析鋼について多くの組織-降伏強度データが得られたので、幅広い鋼種に適用可能な降伏強度予測式の構築が世界で初めて可能となった。ただし V 添加鋼のみに限定すればデータ数が不足しており、また析出強化量が合金組成のみで決定されるという仮定をおいているため、今後データの追加の必要がある。H21 年度実施の析出形態と析出強化量の関係の調査により VC の析出形態を考慮可能な予測式を構築し、予測精度向上に努める予定である。



図②-2)-28 降伏強度の予測値と実測値の比較

②-2) - 4-7 まとめと最終目標に向けた今後の取り組み

「②-2) 組織・特性分布を予測する鍛造プロセスのバーチャルラボシステム基盤技術の開発」においては各検討項目について順調に成果が得られている。「組織・硬さ分布予測可能なシステム構築（一般的な鍛造プロセス使用）」という中間目標に対して、今年度中には組織・降伏強度分布予測可能なシステム構築達成見込みであり、目標を上回る成果が得られる予定である。研究集約化のために研究が終了した研究項目で継続の必要性があるものについてはデータベース構築を企業で、モデル化を残りの研究機関で分担し、中間目標を達成予定である。今年度中にはベース鋼である S45C 鋼、S45C+0.3%V 鋼のオーステナイト域加工後に冷却するという一般鍛造プロセスについて適用可能再結晶、粒成長、相変態、強度といった冶金学的現象をシミュレーション可能なシステムを構築予定である。まとめと各検討項目についての今後の取り組みを図②-2)-29 に示す。今後は高 V 添加の開発鋼にたいして、変態前加工や多段加工を含む開発プロセスを予測可能なシステムを構築するためにモジュール開発を続けていく予定である。材質予測 FEM システム全体では特に VC 析出との相互作用に着目してモジュール間の連携を強化する予定である。

開発したシステムの今後の活用を図②-2)-30 に示す。プロジェクト終了後についても継続してモジュール開発やデータベース構築を行い、開発したシステムの普及に尽力し、高強度化と被削性を両立した新しい鍛造用部品の実用化に貢献し続けていく予定である。

②-2)特性分布を予測する鍛造プロセスのバーチャルラボシステム基盤技術研究



【中間目標】 組織・硬さ分布予測可能なシステム構築（一般的な鍛造プロセス使用）
 【最終目標】 組織・硬さ分布予測可能なシステム構築（開発鍛造プロセス使用、プロトタイプ試作モデルにてシステム検証）

| | H19 | H20 | H21 | H22 | H23 |
|---------------|---|-----|--|---|-------------------|
| 材質予測FEM鍛造システム | 各モジュールの実装 ベース鋼の押出加工計算 | | VC析出一貫 モデルの実装 | 開発鋼のプロトタイプ鍛造プロセス計算 システム精度検証（モジュール間の連携） | |
| 変形抵抗モジュール | S45C鋼について定式化 | | S45C+0.3V鋼 | 開発鋼についての低ひずみ域データ測定 | |
| 再結晶・粒成長モジュール | S45C鋼のモデル化 | | S45C+0.3V鋼 | 開発鋼モデル化、VC析出、相変態との連成 | |
| VC固溶・析出モジュール | S45C+0.3V鋼の測定 オーステナイト中、 フェライト中析出モデル作成 | | パーライト中 析出モデル作成 | 開発鋼についての測定、モデル化 | |
| 相変態予測モジュール | S45C、S45C+0.3V鋼 変態モデル作成 | | 適応鋼種の拡大 熱力学ベース予測 | 変態前加工実装 VC析出との連成 | 予測精度向上 精査モデル構築 |
| 組織－特性予測モジュール | 降伏強度予測式構築 (V添加 低～共析鋼対応) | | VC析出形態の考慮（VC析出との連成） 高V添加へ適用可能な予測式構築 | | 予測精度向上 精査モデル構築 |

図②-2)-29 まとめと各研究項目についての今後の取り組み

これまでの成果

ベース鋼の一般鍛造プロセスについて鍛造中の非定常な析出挙動・組織形成を取り入れた、世界初の材質予測FEMを開発
⇒ 合金・プロセス開発期間やコストの大幅削減、世界に先駆けた傾斜機能付与技術の確立に貢献

今後の取組み

強度の傾斜機能付与と合金設計が可能な熱力学ベースの材質予測FEMを開発し、開発鋼、開発鍛造プロセスに適用する。

プロジェクト終了後のバージョンアップと普及の体制

- | | |
|-----------|--|
| ・モジュール開発 | 鉄鋼協会の研究会や大学で継続してモジュール開発を進める ⇒ 基本プログラムの公開 |
| ・プログラムの普及 | ベンチャー企業を立ち上げてプログラムの販売や計算の請負 |

→欧米にイニシアティブを取られているプログラム分野での巻返し

図②-2)-30 バーチャルラボシステムの特徴と今後の活用

②-3) 高強度鍛造材のき裂発生・伝播メカニズム解明

②-3) - 1 はじめに

鋼材を高強度化したとき、および、制御鍛造により傾斜機能を付与した時に課題となる内部起点疲労損傷の疲労き裂発生・伝播メカニズムを解明し、き裂の進展あるいは停留を決める限界き裂長さに及ぼす非金属介在物と応力の影響を明確化することが、高疲労強度化、高寿命化に必要である。さらに、内部起点疲労のメカニズム解明には、従来難しかった疲労損傷や初期き裂観察技術の高度化が不可欠である。

本研究開発では、内部起点型疲労損傷の中で、最も重要かつ現象やメカニズムが不明確である転動疲労を主対象とする。図②-3)-1 に示すように、寿命予測モデルの量産材への適用により部材の信頼性と耐荷重性能の向上を得て、部品の小型化・軽量化につなげることを目指すにあたり、必要となる転動疲労メカニズムの明確化とそのため基礎的解析技術に関する研究開発を実施する(図②-3)-2)。すなわち、素過程である局所損傷・き裂発生、き裂伝播・停留を実験的に検出・解析する共通基盤技術開発と追跡調査を行い、これらの現象を予測するシミュレーション技術の構築、剥離メカニズムの明確化を経て、新しい寿命予測式や介在物制御指針を考案するために、図②-3)-3 に示す密接な産学官連携のもと研究内容の流れを設定した。すなわち、試料の共通化、連携した解析および多面的・最新解析技術の導入、モデル研究から実証開発への展開である。

CO₂排出削減、国内特殊鋼メーカーの世界競争力強化 技術開発動向、国際競争力状況、エネルギー需給動向、市場動向、政策動向に適合

1. 対象

- 軸受鋼等を用いる機械構造用部材
- * 2007年国内生産統計値(日本鉄鋼連盟): 軸受鋼947千ton/年, 機械構造用合金鋼3,999千ton/年

2. アプローチ

- 軸受等の部品小型化 = 高負荷応力化

3. 開発要求事項

- 使用条件の保証 → 寿命予測式
- 鋼材・製造方法の改良 → 介在物・組織制御指針

6308型番: 636g



同一荷重条件で使用
● 30-40%の重量削減
● 寿命3倍を保証

6208型番: 366g



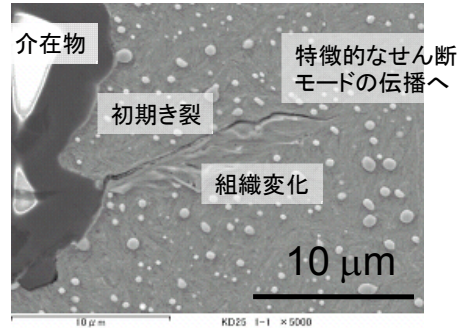
図②-3)-1 背景

1. 内部疲労き裂発生(一軸/曲げ疲労=平面ひずみ状態に近似)
 - ①不均一変形(高サイクル疲労)にともなう内部応力場の形成
→転位下部組織やEBSD法からの推定(定性的)
 - ②応力場を開放する変形集中や微小き裂形成
→直接的な実験事実が得られていない
 - ③限界サイズに成長した微小き裂のまき裂選択
→一軸/曲げ荷重条件下では ΔK_{th} 概念により整理可能
 - ④き裂伝播 →一軸/曲げ荷重条件下では線形力学により計算可能

き裂発生過程の理解・シミュレーションは不十分

2. 転動疲労 = 複合的かつ上記技術の適用困難

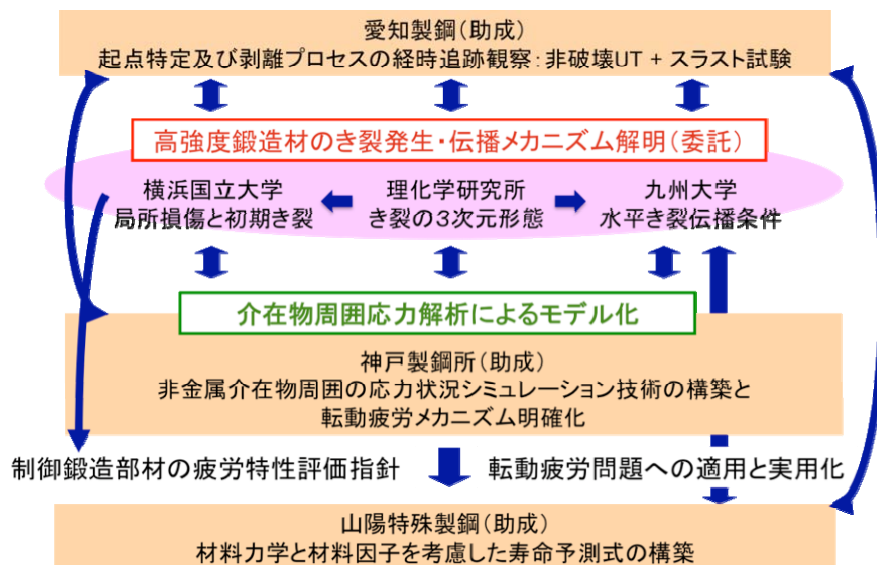
- ①強圧縮(塑性変形量大)=低サイクル疲労?
- ②介在物周りの応力集中と組織変化(WEA等)
→直接は関係しない?
- ③局所損傷を経た初期き裂生成 理解困難
→限界サイズを未検出
- ④圧縮場のせん断モードによるき裂伝播と停留
→動的観察結果がなく、高精度な寿命予測困難



不可欠な解析技術の高度化とメカニズム解明

- 非破壊観察, 3次元高精度観察, 応力シミュレーション, き裂発生・伝播挙動
- 異なる研究分野の連携(従来にない) →世界初・最高水準の技術の確立

図②-3)-2 現状の問題点



図②-3)-3 内部起点疲労破壊サブグループ

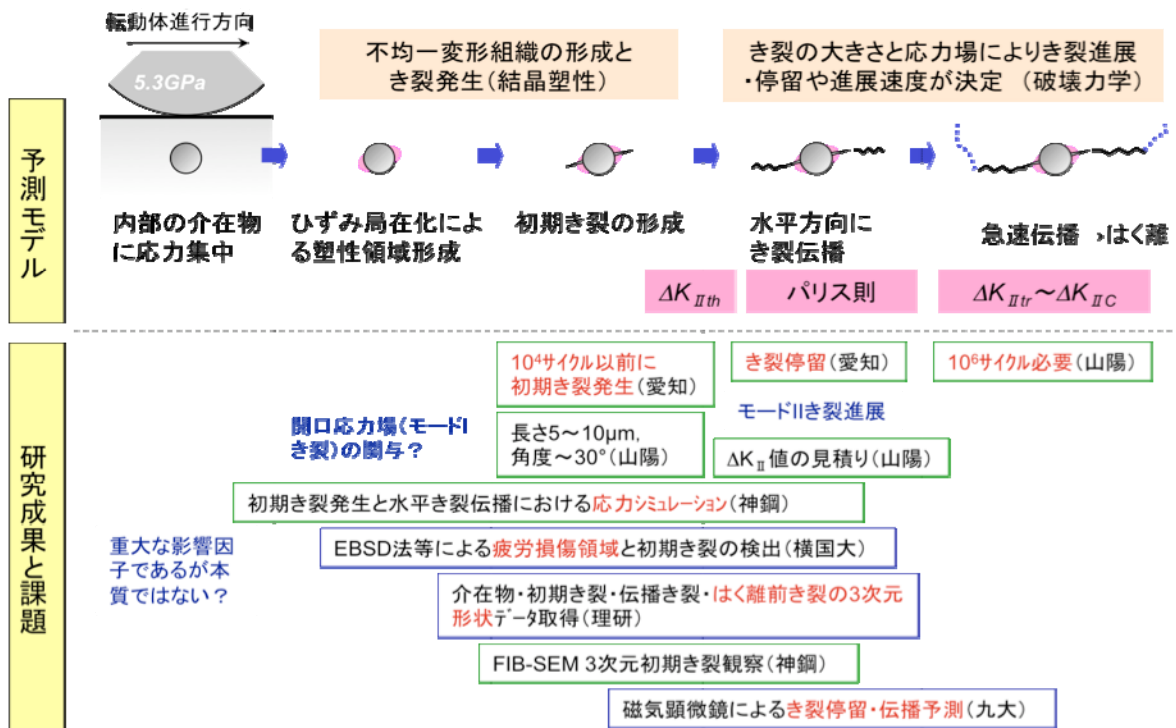
②-3)-2 研究開発内容の位置づけと達成状況

転動疲労^{②-3)-1), ②-3)-2)}や制御鍛造部においては、損傷領域に変形勾配を生じ、局所的な疲労損傷が破壊原因を与える。Grabulov ら^{②-3)-3)}は軸受鋼の転動疲労き裂周りの組織観察を行い、WEA (white etching area, butterfly wing)^{②-3)-4)}中に生じる微細粒の形成^{②-3)-5)}と初期き裂形成の関係について議論している。Fujimatsu ら^{②-3)-6)}は空洞周囲に母相の耐力に匹敵する高い引張応力の存在を指摘しており、軸受鋼中の剥離した介在物近

傍より生じる転動疲労初期き裂は、き裂片側に組織変化（WEAの形成）をともなったモードI（開口型）であることが示唆された。これら初期き裂は低サイクル数で生じ、その多くが停留する。また、パーライト鋼では、転動面直下の高せん断応力場には{111}変形集合組織や組織微細化が生じる^{②-3)-7)}。つまり、転動疲労き裂の形成は、介在物等の欠陥とともに塑性変形に関係している。しかしながら、軸受鋼に代表されるマルテンサイト鋼の転動疲労機構は不明な点が多く、より精緻な寿命予測による高強度化・長寿命化を図るに当たり、転動疲労破壊現象の理解が不可欠である。

図②-3)-4は、従来研究および内部起点疲労破壊サブグループメンバーのあらゆる知見をあわせて作成した転動疲労予測モデルである。内部介在物への応力集中、ひずみ局在領域形成、初期き裂の形成、き裂伝播、はく離の各素過程にわけ、助成研究と委託研究の各課題を位置づけている。本研究では、中間目標を「初期き裂の3次元形態と進展挙動の評価技術確立」、最終目標を「限界き裂長さに及ぼす非金属介在物と応力の影響を明確化」におき、以下の3つの基礎技術を確立して、初期き裂の3次元形態と介在物などの応力集中による重畳効果や介在物組成の影響との関係を明らかにし、さらには、き裂伝播挙動に及ぼす介在物や応力の影響を抽出し、限界き裂長さについてモデル化する。

- 電子線後方散乱局所的疲労損傷分布評価技術の活用による高強度鋼の疲労損傷評価技術
- 鉄鋼材料中の初期き裂・非金属介在物の3次元観察技術と介在物組成分析技術
- 高強度鋼の疲労き裂周辺の磁気特性を3次的に測定し、進展・停留挙動を評価する技術



図②-3)-4 転動疲労予測モデル

表②-3)-1 開発目標と達成状況

| 研究開発項目 | 中間目標 | 最終目標 | 成果 | 達成状況 | 最終目標に向けた今後の取組み |
|---|---|--|---|------|---|
| 高強度鍛造材のき裂発生・伝播メカニズム解明 | 鉄鋼材料での疲労初期き裂の3次元観察基礎技術の確立 | 限界き裂長さに及ぼす非金属介在物と応力の影響を明確化 | マルテンサイト鋼において、電子線後方散乱回折法による疲労損傷評価基礎技術、介在物の高速・自動切削法による3次元構造観察技術、磁場顕微鏡法による疲労き裂先端の検出技術を開発し、疲労初期き裂の3次元観察技術の基礎を確立 論文4件投稿済み | ◎ | 初期き裂起点となる介在物状態を明確にし、剥離に至るまでの過程を検証して、最終目標を達成できる見込み |
| <p><達成状況> 年度末における研究成果が</p> <p>◎ 中間目標を超過達成していると予想される。</p> <p>○ 中間目標達成可能と予想される。</p> <p>△ 中間目標未達となることが懸念されるが、来年度早期での挽回が可能。</p> <p>× 中間目標未達となることが懸念され、来年度早期での挽回も困難。</p> | | | | | |
| | <p>a. 電子線後方散乱回折法の活用による疲労損傷評価技術</p> <p>b. 疲労初期き裂の3次元観察技術</p> <p>c. 疲労き裂周辺の3次元磁気測定によるき裂進展評価技術</p> | <p>a. 疲労損傷評価における介在物による応力集中の影響抽出</p> <p>b. 初期き裂形成に及ぼす介在物組成の影響明確化</p> <p>c. き裂の伝播・停留に及ぼす介在物や応力の影響抽出とモデル化</p> | <p>a. ひずみ勾配の可視化と組織変化の検出に成功し、き裂形成がひずみ勾配領域であることを発見</p> <p>b. フラットバイトと楕円振動切削を組み込んだ3次元内部構造顕微鏡を構築し、鉄系材料内部の介在物・き裂の三次元形状をサブミクロン精度で自動観察する手法を世界で初めて実現</p> <p>c. 磁場顕微鏡観察において、応力拡大係数と磁場の相関性を発見 構造物の疲労劣化診断の新技術開発に成功</p> | | <p>a. 介在物周りの変形組織や介在物の剥離・割れと初期き裂形成との関係を抽出</p> <p>b. 介在物組成分析と高精細形態観察結果を基に各種介在物およびき裂の定量的評価パラメータを導出し、画像処理に基づく定量評価データベースを構築</p> <p>c. 磁場顕微鏡の高速データ処理により転動疲労き裂の停留・伝播状態を解析し、その力学要因解明とモデル化</p> |

これらの研究成果は、助成研究④-3における転動疲労メカニズム解明と非金属介在物組成・サイズ制御に利用される。

表②-3)-1に開発目標と達成状況についてまとめる。中間目標の達成は得られた。すなわち、マルテンサイト鋼において、電子線後方散乱回折法による疲労損傷評価基礎技術、介在物の高速・自動切削法による3次元構造観察技術、磁場顕微鏡法による疲労き裂先端の検出技術を開発し、疲労初期き裂の3次元観察技術の基礎が確立した。

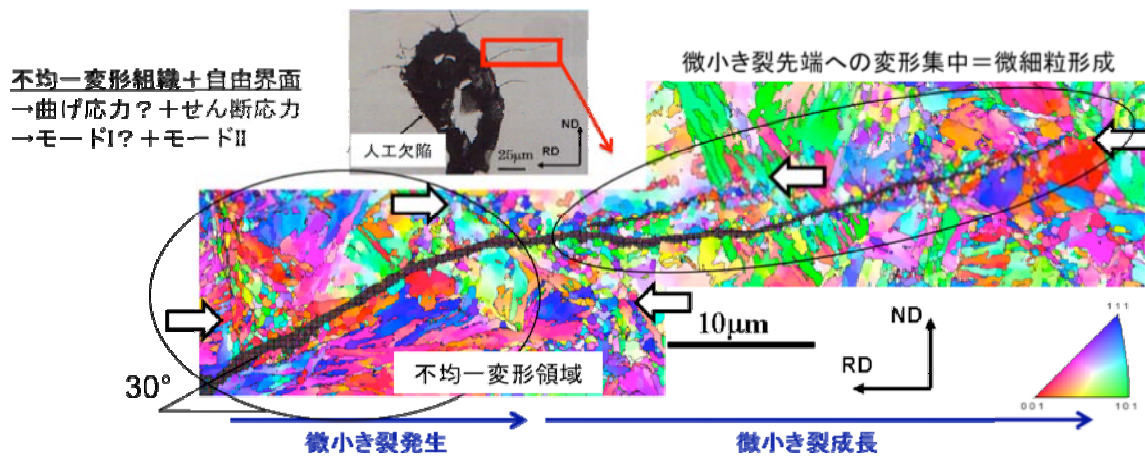
②-3)-3 検討項目とその成果

鉄鋼材料での疲労初期き裂の3次元観察基礎技術の確立のために、先に掲げた3つの基礎技術の確立を行った。すなわち、a. 電子線後方散乱回折法の活用による疲労損傷評価技術、b. 疲労初期き裂の3次元観察技術、c. 疲労き裂周辺の3次元磁気測定によるき裂進展評価技術、である。その理由は、第一に、転動疲労寿命を支配するき裂伝播評価では、き裂進展・停留の判断ができる動的解析技術を確立して実験モデリングを要する。疲労き裂の評価には、進展挙動を実験的に把握することに加え、応力集中部の状態を力学的に考慮することが必要である。一般的には、応力拡大係数を用いるが、き裂の進展駆動力と有効なき裂長さの情報無しには問題を扱えない。そのため、き裂が進展・停留における応力集中部の力学状態を判断する新しい評価技術が求められる。第二に、線形力学に基づいてき裂伝播寿命を評価するにあたり、限界き裂長さを与える必要がある。そのためには、初期き裂周りの力学条件や組織学的要件が必要であるとともに、結晶塑性学に基づく初期き裂形成の理解を要する。したがっ

て、初期き裂および非金属介在物の3次元形状の観察と疲労損傷状況の解析が必要である。図②-3)-5に示すように、転動疲労後の介在物や人工欠陥周りには数十 μm 長さの複数のき裂が認められ、初期き裂は転動方向に約 30° 傾いている。

鉄鋼材料での疲労初期き裂の3次元観察基礎技術の確立

- a. 電子線後方散乱回折法の活用による疲労損傷評価
 - 強塑性変形条件下における局所損傷を経たき裂形成の理解が可能に
- b. 精密高速切削による3次元形態観察
 - 介在物のはく離・割れ、初期き裂の形態が初めて明らかに
- c. 磁場顕微鏡による動的なき裂進展・応力拡大係数の検出
 - 伝播・停留の力学的研究が可能に



図②-3)-5 検討項目

②-3)-3-1 電子線後方散乱回折法の活用による疲労損傷評価

人工欠陥を導入した低炭素マルテンサイト鋼 (SCM420H) をモデル材に用いて、転動疲労による損傷とき裂形成の電子線後方散乱回折 (EBSD) 法に基づく局所的疲労損傷分布評価技術を確認し、界面で生じる変形勾配 (局所的疲労損傷) の可視化と初期き裂周りの組織変化を見いだすことに成功した。

【方法】

a. 供試材および試験片

供試材は SCM420H (850 $^\circ$ -30min 油焼入れ、450 $^\circ$ C-30min 焼戻し) である。 ϕ 52-2.5mm 厚の円盤状試験片は、転動面が圧延方向に垂直であり、軌道は ϕ 38 である。軌道上の 4 箇所にも ϕ 50 または ϕ 100mm の人工欠陥を導入し、焼なまし (450 $^\circ$ C-60min) を施した。続いて、スラスト試験機を用い、100kg/3 ボール、 3.25×10^6 回および 3.0×10^4 回の条件で転動疲労を与えた。

人工欠陥近傍の軌道面に垂直かつ転動方向に平行な断面に Ar イオン研磨 (クロスセクションングポリッシャー) を施した。

b. 結晶方位解析

SEMに取り付けた結晶方位測定装置 (TSL OIMTM) を用い、EBSD 法による疲労損傷の検出を試みた。0.1 μ m 以下の間隔でビームを走査し、結晶方位データを取得した。菊池バンドの強度を反映した画像の輝度値 IQ (image quality)、結晶方位回転を統計的に評価する各種パラメータにより評価した。すなわち、結晶粒内における平均的な方位分散 GOS (grain orientation spread)、結晶粒における隣接測定点間の方位差の平均値 GAM (grain average misorientation)、任意の測定点における隣接測定点との方位差の平均値 KAM (kernel average misorientation) を用いた。

c. 硬さ測定

3.25 $\times 10^6$ 回転動疲労材と 3.0 $\times 10^4$ 回転動疲労材の軌道方向に垂直な断面を試料とした。マイクロビッカースを用い、荷重 25kgf の条件で、表面から 500 μ m 深さまで硬さ測定を行った。転動疲労試験前の硬さは、360HV である。

d. 残留応力測定

試料は、3.25 $\times 10^6$ 回転動疲労材の軌道上、同材の非軌道上、3.0 $\times 10^4$ 回転動疲労材の軌道上である。電解研磨により表面より約 20 μ m ステップ (0~200 μ m 深さ) および約 50 μ m ステップ (200~500 μ m 深さ) で微小部 X 線残留応力測定を行った。面内測定方向は軌道方向に垂直 (半径) 方向と平行 (円周) 方向である。

【結果】

a. ひずみ勾配の検出

図②-3) -6 に示す IQ マップは、相対的に菊池線強度、すなわち弾性ひずみの影響を反映している (白黒の濃淡に対応)。負荷応力が大である転走表面近傍、および転動表面に沿った 2 本の内部き裂間 (最大せん断応力域に相当) では IQ 値および CI 値 (結晶方位決定確度) が低い。つまり、塑性変形の導入 (損傷量) が大である。

この領域は CI 値が 0.1 以下である場合が多く、KAM、GOS、GAM による解析ではエラーデータとして削除する。GOS および GAM の場合、低 CI 値の領域で評価は困難であるが、GOS は基本的に結晶粒サイズに依存し、粒径大の方が値は大きい。また、表面に近いほど値が大きい傾向にあるが、下段のき裂を境に転動表面側では値が大きく、内部側では小さい。つまり、粒径大の方が値は大きい傾向にあるが、ひずみ勾配領域において GOS 値大な部分が多いこの結果は KAM についても同様である。KAM は粒界近傍において大であり、塑性変形にともなう局所的な結晶回転を示唆している (図②-3) -7)。き裂近傍において顕著であり、き裂の形成と応力勾配の関係が注目される。

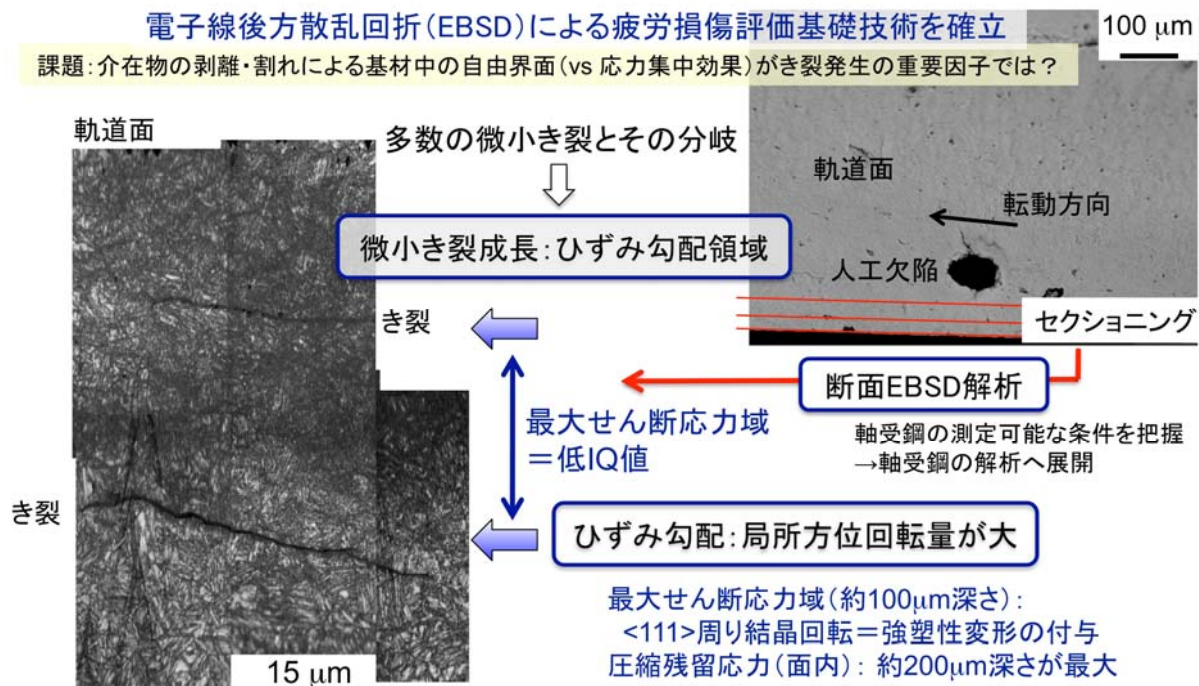
上述の硬さ大領域は、ほぼ低 IQ (最大せん断応力) 域に相当する。一方、最大圧縮残留応力域は、き裂形成領域よりも深い位置に存在する。

以上より、き裂は最大せん断応力域でなく、ひずみ勾配が大領域に形成していると考えられる。その結果、2 次的な開口応力場 (Mode I) がせん断応力場 (Mode II) とともに初期き裂成長に関与していると推測される。

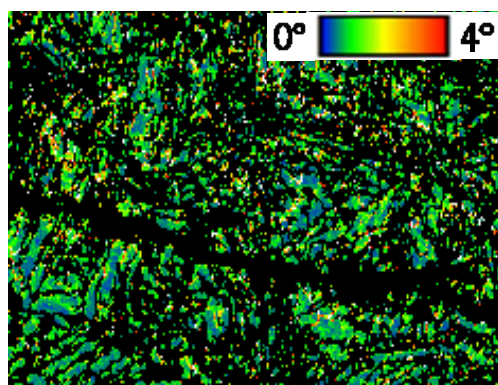
「転動疲労き裂はひずみ勾配領域に形成し、最大せん断応力域でないことを実証したのは、世界初」

電子線後方散乱回折 (EBSD) による疲労損傷評価基礎技術を確立

課題: 介在物の剥離・割れによる基材中の自由界面 (vs 応力集中効果) がき裂発生的重要因素では?



図②-3)-6 ひずみ勾配とき裂形成

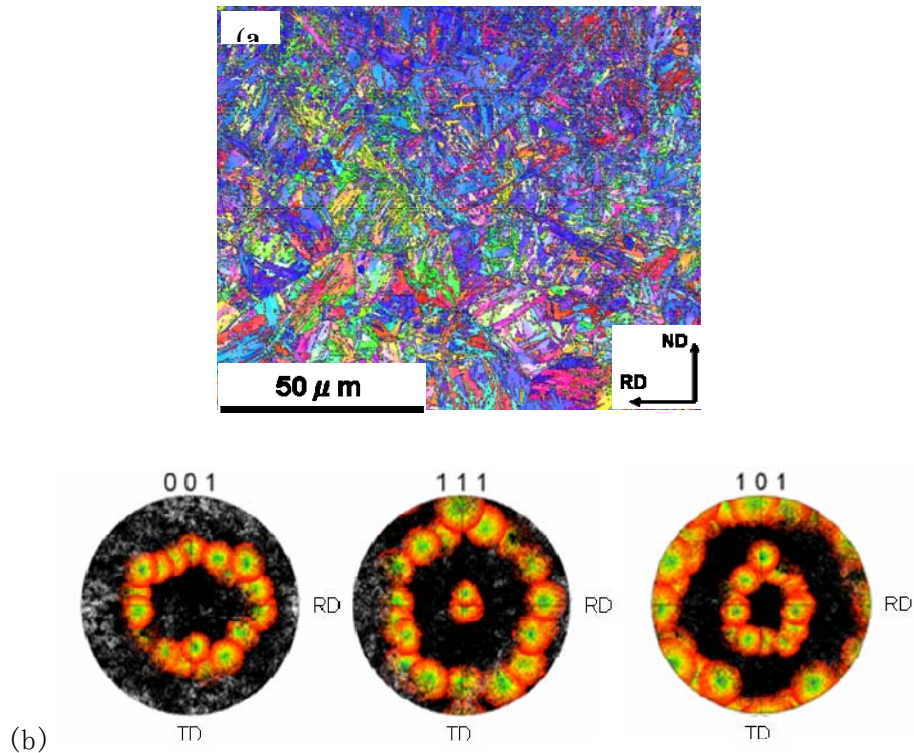


図②-3)-7 転動疲労材 KAM 解析結果

一方、最大せん断応力域ではマルテンサイト組織構造が維持されているが、<111>軸周りに結晶回転が生じており、変形集合組織形成過程にあると考えられる。これは、レール鋼などの転動疲労でも見られる現象^{②-3)-7)}に類似であり、強塑性変形の付与を裏付ける。

図②-3)-8 は、低 IQ である最大せん断応力域の IPF マップを示している。マルテンサイト組織構造が維持されているが、<111>軸周りに結晶回転が生じており、変形集合組織形成過程にあると考えられる。これは、レール鋼などの転動疲労でも見られる現象に類似であり、強塑性変形の付与を裏付ける。このような結晶回転は最大せん

断応力域である試料深さで顕著であり、き裂形成深さおよびより試験片内部では認められない。



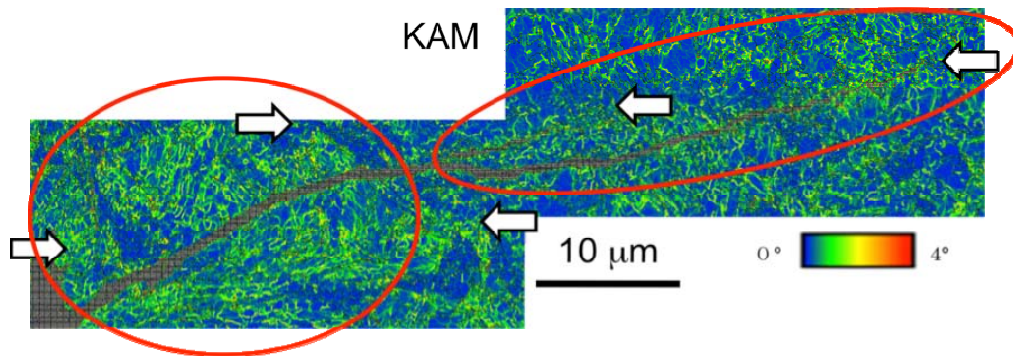
図②-3)-8 3.25×10⁶回転動疲労材における最大せん断応力域の IPF マップ(a) と <111>//ND 近傍にある結晶粒の分布(b)

そこで、マクロスケールでの解析を他の手法により行った。すなわち、硬さと残留応力の評価を行った。3.25×10⁶回転動疲労材において、軌道表面から 40～200 μm 深さの範囲で硬さの増大が認められた。60～120 μm 深さでは約 440HV である。しかし、3.0×10⁴回転動疲労材では軌道表面下での硬さの増大は認められなかった。

残留応力分布については、3.25×10⁶回転動疲労材および 3.0×10⁴回転動疲労材ともに、軌道面直下に圧縮残留応力が導入されていた。3.25×10⁶回転動疲労材では、両方向ともに 0～400 μm 深さの範囲に圧縮残留応力が生じており、約 150～200 μm 深さに極小値（約-500MPa）を有した。一方、3.0×10⁴回転動疲労材でも両方向ともに 0～500 μm 深さの範囲に圧縮残留応力が生じており、約 300 μm 深さに極小値（約-400MPa）を有した。

b. 初期き裂の周りの組織変化

図②-3)-4 に示した初期き裂周り（矢印部）には、強変形にともなう連続再結晶によって形成したと推定される微細粒組織が認められる。数μm 径の等軸粒であり、前マルテンサイト組織との関係は認められず、ランダム方位に分布している。図②-3)-9 は、同領域の KAM 解析結果であり、初期き裂における不均一変形および塑性ひずみ大な領域の存在、微小き裂成長段階でのき裂先端への変形集中を裏付ける。



図②-3)-9 3.25×10⁶回転動疲労材における人工欠陥周りの初期き裂周囲の KAM 解析

c. 0.6mass%C 鋼および SUJ2 鋼への EBSD 法適用条件

供試材は SUJ2 鋼の化学組成から炭素量を 0.6mass% に減じて炭化物の形成を抑制した 0.6C と SUJ2 鋼である。人工欠陥を導入した 0.6% C 材（850℃×30min 加熱後焼入れ、450℃ 1 時間焼戻し）について、荷重 200kgf でスラスト試験を 1×10⁴ 回実施し、人工欠陥周りに形成した初期き裂周辺の断面を EBSD 解析に供した。一方、SUJ2 鋼は、スラスト試験を 1×10⁴ 回、1×10⁵ 回、1×10⁶ 回実施した試験片から、介在物周囲について検討した。

コロイダルシリカを用いた研磨仕上げにより平滑な試料表面を得た後、FE-SEM を用いて EBSD データ取得条件を検討した。解析データを得るには、走査ステップが重要因子であり、40～50nm が適当である。

0.6C 鋼では、人工欠陥周りに形成した初期き裂周辺の EBSD データ取得が得られた。しかし、SCM420H 鋼で示されたひずみ勾配や微細粒の形成が同様に認められるものの、十分な検証に至っていない。また、SUJ2 鋼においても EBSD データ取得が得られた。研磨条件の最適化により、介在物および炭化物のデータ取得への影響を最小化することも必要である。

②-3)-3-2 精密高速切削による 3 次元形態観察

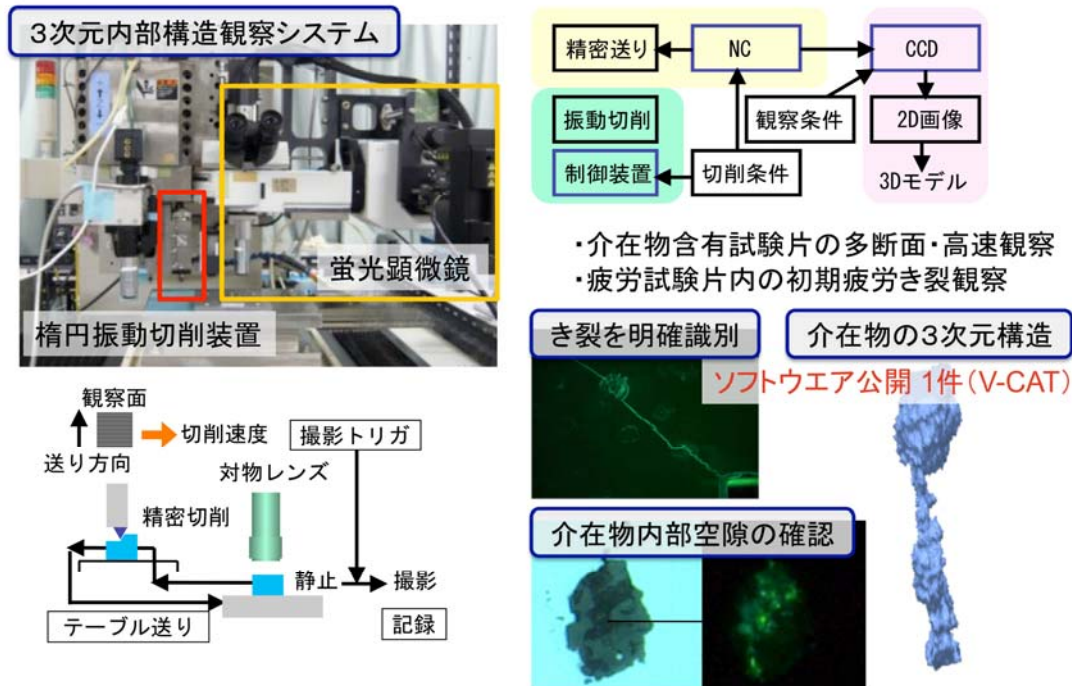
シリアルセクション法により鉄鋼材料内部組織の 3 次元観察を行う。また、観察と同時に断面内の元素分析を実施し、組織中に存在する介在物種の同定を行う。従来のシリアルセクション法では、手作業により同一箇所を少しずつ研磨しながら観察を繰り返し、ソフトウェア上で 3 次元像を再構築していた。非常に手間がかかる方法であり、多くの事例を調査するには膨大な労力と時間を要する。理化学研究所では、精密切削技術を利用し、シリアルセクション観察を自動化した金属用 3 次元内部構造顕微鏡を開発している。この内部構造観察システムを軸受鋼のような鉄鋼材料の観察が可能なシステムに拡張すると共に、材料中の初期き裂の形状や介在物観察を行い、き裂の発生・伝播挙動に及ぼす種々要因を調査する。

【観察システムの構築】

開発した切削 - 観察システムを図②-3)-10 に示す。ベースとなる 3 次元内部構造顕微鏡システムは鏡面生成を行う精密切削部、顕微鏡観察を行う観察部から構成される。鉄鋼材

料の鏡面加工に有効な超音波楕円振動切削装置（多賀電気製 EL-50Σ：平成19年度）を導入し、精密切削による鏡面生成と顕微鏡観察を専用プログラムにて制御することで、逐次断面切削観察法による世界初の鉄鋼材料用3次元観察システムを構築した。

「精密切削による鉄系材料内介在物の高速自動観察手法の確立は、世界初」



図②-3)-10 切削観察システムの概要

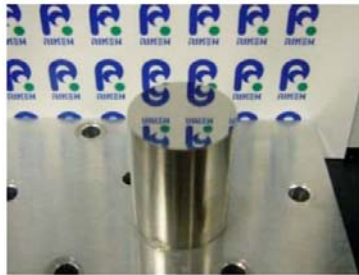
観察面の生成には単結晶ダイヤモンドバイトによる超音波楕円振動を用いた平削り加工法を用い、切削油などを使用せず、エア吹き付けのみによるドライ環境下での鏡面生成を実現した。切削位置から観察位置までの移動を精密加工装置（東芝機械製 UVM350(J)）のXY テーブルにて行い、NC コード上に撮影トリガの発生タイミングを記述することで、自動的に顕微鏡画像の撮影を行う。撮影後、試料を切削位置まで移動し、次断面の生成を行う。これを繰り返すことで自動的に多断面にわたる断層画像を得ることができる（逐次断面切削観察法）。顕微鏡画像はビデオマイクロスコープ（KEYENCE 製 VHX-200）に取り込まれ、内蔵HDD にデジタル画像フォーマットとして保存される。試験片撮影位置を高精度に制御可能であることから、位置調整など画像間の補正処理やそのための別工程を必要とせず、3次元再構築が容易に行える。

【結果】

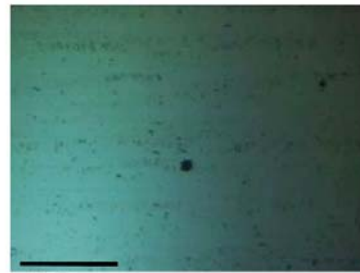
a. 鉄鋼材料の切削試験

本システムによる鉄鋼材料の逐次断面切削観察能力を検証するため、楕円振動切削装置を組み込んだ新規システムを用いて、ステンレス鋼(SUS420J2 HRC50 以上: φ15mm)の切削観察を実施した。切削面の顕微鏡観察の一例を図②-3)-11に示す。切削面には傷やダレはなく、顕微鏡観察に十分な鏡面を生成することができた。なお、一般的に

ダイヤモンドで鉄系材料を切削することは困難であり、楕円振動切削を行わない場合、ダイヤモンドバイトの損傷や著しい摩耗から、切削面にはむしれが多く発生し、十分な鏡面を得ることはできない。



1) 試験片外観



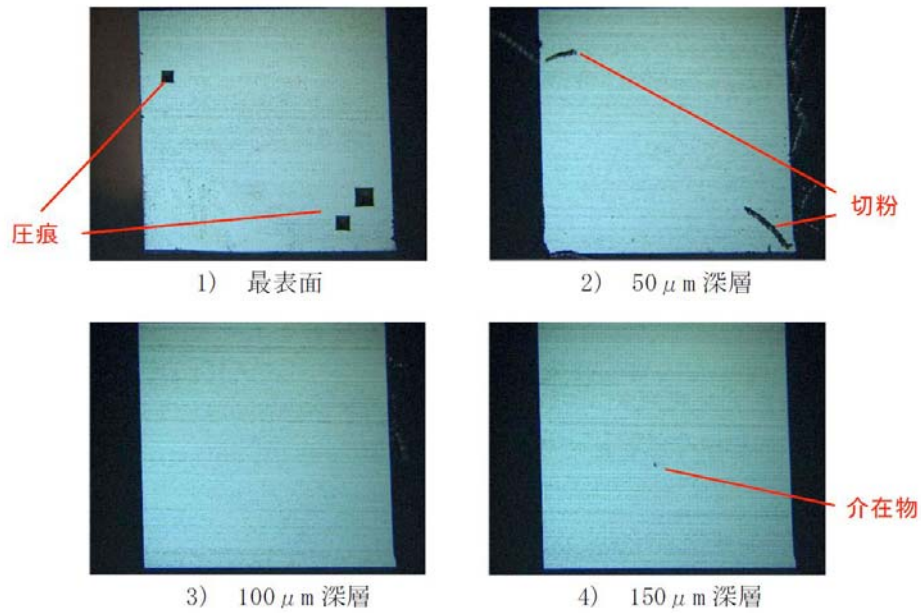
100μ

2) 顕微鏡観察面

図②-3)-11 ステンレス鋼切削面

b. 軸受鋼の内部観察

軸受鋼内部に存在する介在物の3次元形状を調査するため、サブグループ内で共有する介在物含有軸受鋼試験片の内部構造観察を行った。介在物は事前に超音波探傷法にて、おおよその位置と深さ、大きさを調査し、位置が特定できるように表面に複数の圧痕をつけてある。試験片は介在物が中心となるように3mm×3mm（高さ15mm）の領域のみに削り落した。軸受鋼試験片を逐次断面切削観察した撮影画像の一例（試験片A）を図②-3)-12に、表②-3)-2に各試験片の切削観察条件を示す。図②-3)-12は50μmごとに抜粋した断面画像であり、表層である図1)中の黒い部分が位置特定用の圧痕である。切削は精密に切込み量2μmずつ行われており、画像の枚数から断層の深さを知ることができる。介在物の代表径、存在位置ともに超音波探傷による予測とほぼ同等の結果を示し、非破壊測定法である超音波探傷の有効性が確認できた。



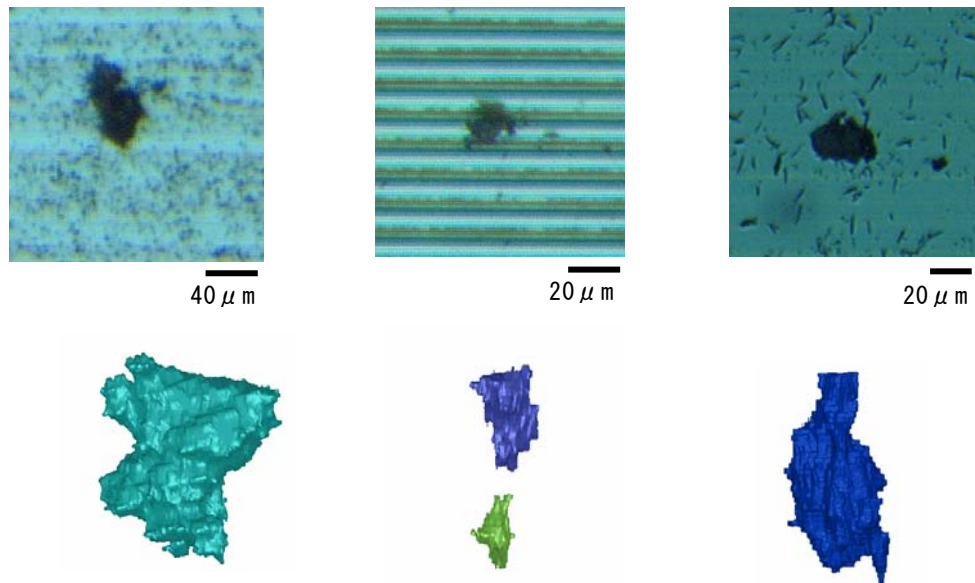
図②-3)-12 観察された断層画像（試験片A）

表②-3)-2 介在物含有試験片の切削－観察条件

| | | A | B | C |
|-------------------|----------------|-----------|-----------|-----------|
| 超音波 予測 | 介在物径 [μm] | 40 | 30 | 40 |
| | 深さ [μm] | 80 ~ 200 | 約 80 | 約 200 |
| 切削 条件 | バイト形状 | R1.0mm | | |
| | 切込 [μm] | 2 | 2 | 2 |
| | 切削速度 [mm/min] | 1000 | 1000 | 1000 |
| | パス送り [μm] | 5 | 10 | 10 |
| 観察 条件 | 照明 | 落射 | | |
| | レンズ倍率 | 5× | 10× | 10× |
| | CCD 画素 [pixel] | 4800×3600 | 4800×3600 | 4800×3600 |
| | 分解能 [μm/pixel] | 0.8×0.8 | 0.4×0.4 | 0.4×0.4 |
| 介在物最大径 XY 面内 [μm] | | 40 | 20 | 30 |
| 深さ [μm] | | 120 ~ 250 | 100 ~ 180 | 160 ~ 240 |

c. 介在物3次元形状のモデル化

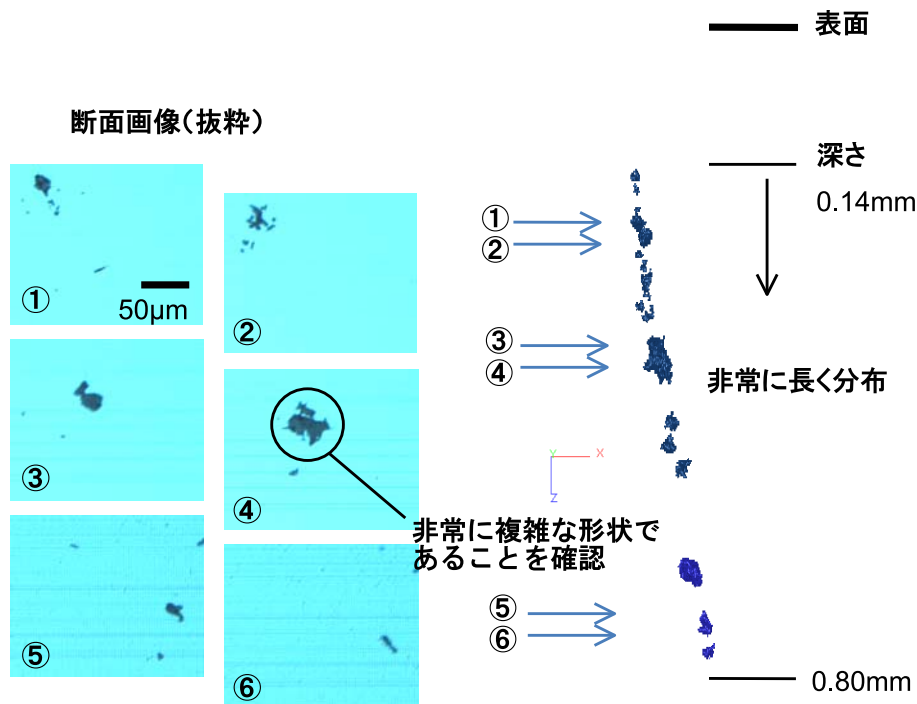
逐次断面切削観察により得られた多断面の2次元断層像から、介在物の3次元形状をモデル化する。各断層画像は高解像度で撮影されているためファイルサイズが非常に大きい（最大で50MB）。以後の処理を円滑に行うため、本研究においては介在物だけに注目し、全体画像から介在物周辺部のみを切り出して、ファイルサイズを軽減した。介在物の断層像から3次元形状を作成するため、理化学研究所VCAD システム研究プログラムにて開発されたソフトウェアV-Cat を利用した。図②-3)-13に各モデルを示す。



図②-3)-13 介在物断面と3次元構造

d. フラットバイトを用いた，介在物試験片の多断面・高速観察

3次元内部構造顕微鏡の観察速度を向上するために、切削部にフラットバイトを導入した。図②-3)-14に観察結果を示す。フラットバイトによる切削では、数本のための切削パスで観察可能な断面を得られるため、1断面の画像取得にかかる時間を大幅に短縮可能である。今回の切削において、1断面の画像取得に必要な時間は約1分であり、Rバイトを用いた観察手法と比較して約1/20に短縮することが出来た。このような深層方向の分布は超音波測定では得られない。3次元再構築画像より、複雑な形状をした介在物が表面付近から深さ1mm辺りまで広範囲に渡って分布していることが初めて確認された。



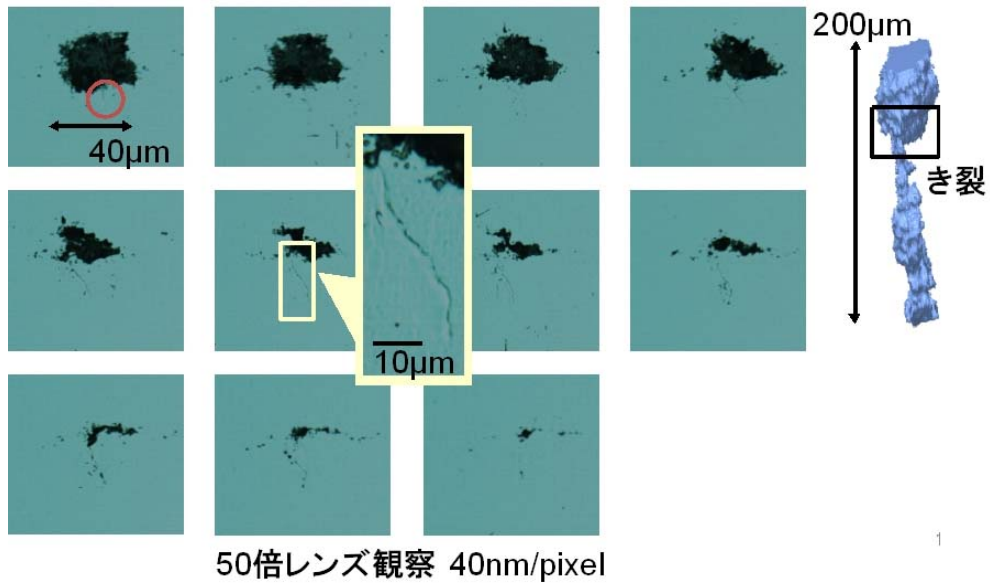
図②-3)-14 軸受鋼中の介在物分布

e. 高分解能レンズを用いた初期疲労き裂観察

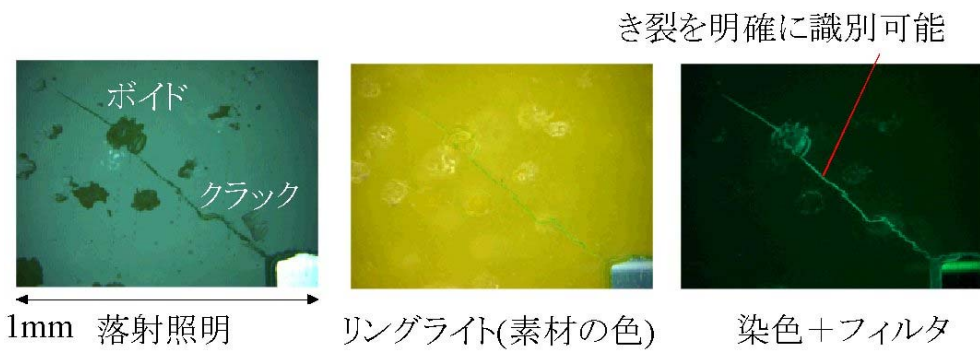
軸受鋼の疲労試験片内部を、高分解能レンズを用いて観察した。図②-3)-15に観察結果を示す。図示されている連続画像は4µmごとの断層画像であり、さらに図右上に三次元再構築像を示している。レンズ倍率は50倍であり、画像1 pixel辺りの長さは40 nmに相当する。観察範囲中に、直径約40 µm、長さ200 µmの介在物が観察された。また、介在物付近から初期疲労き裂の発生が認められ、本システムによるき裂観察に成功した。

f. 蛍光染色によるき裂・介在物・空隙の判別手法の基礎的検討

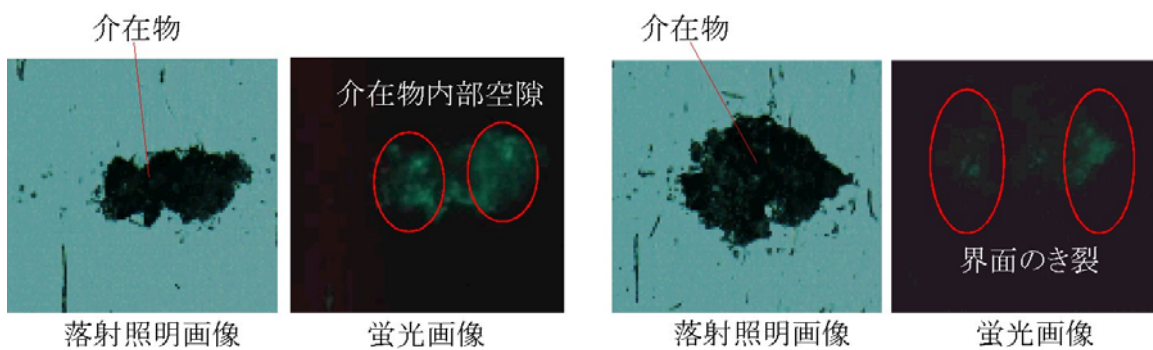
樹脂中のき裂および、鉄鋼中の介在物に対して蛍光染色を行い、その後切削を行い、蛍光顕微鏡によって観察を行った。樹脂中のき裂の蛍光観察結果を図②-3)-16に示す。蛍光染色によりき裂中に入り込んだ蛍光塗料は切削後もき裂中に残るため、蛍光顕微鏡による観察によって、き裂のみを明確に識別することが出来た。さらに、軸受鋼中の介在物に対して同様の蛍光観察を行った結果を、図②-3)-17に示す。介在物内部および界面に蛍光塗料が残っていることが観察されており、介在物内部に空隙が存在する可能性や介在物界面にき裂が生じている可能性が示唆された。



図②-3)-15 高分解観察によって観察された軸受鋼中の初期疲労き裂



図②-3)-16 樹脂中のき裂の蛍光観察



図②-3)-17 介在物の蛍光観察

②-3)-3-3 磁場顕微鏡によるき裂進展の動的検出

ベアリングの損傷メカニズムを解明するために、世界初となるき裂の評価技術開発を行った。非干渉型 3ch ガウスマーターを用いた 3 次元磁場顕微鏡の製作 (3D SHPM (Scanning Hall Probe Microscopy)) とき裂周辺の磁場分布計測を実施し、き裂先端近傍の疲労状態を短時間で実験的に測定する手法を開発した (図②-3)-18)。この

磁場測定手法は、室温・大気中で稼動できるため、軸受鋼 SUJ2 の 4 点曲げ疲労試験と同じ環境で、き裂進展に伴う磁場の変化を調べることができる。中間期までに、最終目標達成につながる、3つの大きな成果があった。

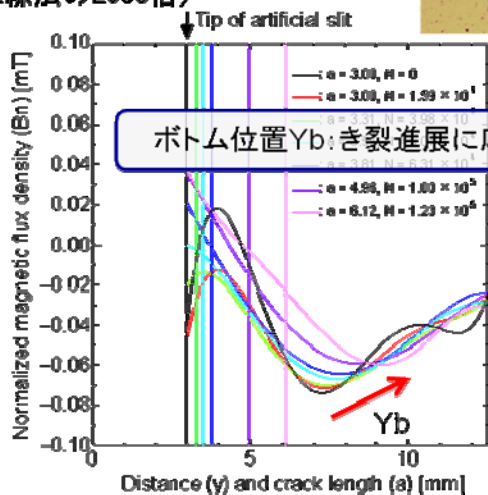
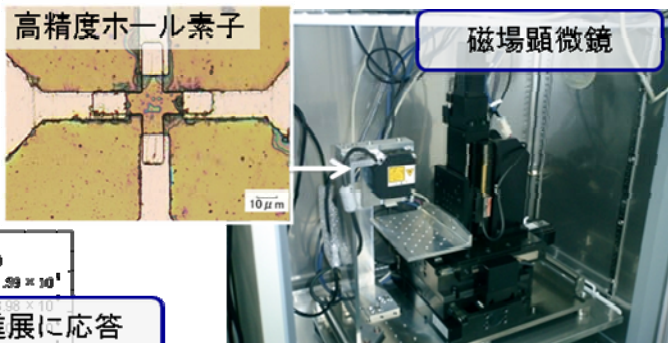
- 成果 1 き裂が進展するかどうかを事前に判断可能。
- 成果 2 疲労経過の進行に伴う磁場変化を正確に測定可能。
- 成果 3 応力拡大係数と相関性の強いファクターを世界で初めて発見。

新しい磁場顕微鏡の構造に始まり、上の3つの成果を得た実験を順にまとめる。

「磁場顕微鏡による疲労き裂先端の動的評価手法の確立は、世界初・最高水準」

<磁場観察システム>

- き裂先端の塑性域拡大を検出
- 繰返し数毎の磁場分離
- 室温大気中・高精度・高分解能 (X線法の2000倍)



(高精度ステージ, 恒温環境, 防磁環境, 位置制御, データ分割)

磁場の定量化: Yb-ΔK曲線の確立

応力拡大係数範囲ΔKとの相関性
Activeなき裂の観察データから
応力拡大係数を見積る

図②-3)-18 磁場顕微鏡によるき裂進展検出

【方法】

a. 磁場顕微鏡

磁場顕微鏡はホールプローブ、ステージとガウスメータで構成されている (図②-3)-17)。磁束密度を測定するホールプローブには $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ の GaAs 素子フィルムを使用している (高感度ホール素子)。ステージはプログラム制御により任意の速度で自動的に平面上を移動させることができる。試験片とセンサー間の距離を求めるためにホールプローブ先端にレーザー測定器 (OMRON ZG-WDS8) を設置した。実際の測定における試験片とセンサーの相対ギャップは $200\mu\text{m}$ である。磁場に与える影響を小さくするため、試験片のホルダー、ホール素子を固定しているアームはアルミ合金、樹脂で製作した。システムは恒温槽の中に設置されており、装置周辺の温度を一定 (27.0°C) に保って磁場を測定した。また試験片上のき裂から離れた場所に、標準点を決めておき、測定点での磁束密度と標準点での磁束密度の差分をとり、それを本データとして考察した。

b. 4点曲げ疲労試験

軸受鋼 SUJ2 を試験片とした4点曲げ疲労試験を油圧サーボ試験機により行い、き裂進展に伴う材料表面の磁束密度分布の変化を調べた。4点曲げ試験は内側の支点間の曲げモーメントが同一であるため安定的な曲げ負荷を与えることができ、平面き裂を進展させることが容易である。試験片の形状は短冊形であり、中央部に人工的なスリットが入れている。試験条件は応力比 0.1、周波数 20Hz、sin 波の負荷である。最大荷重は実験中一定にし、12.9kN と 11.5kN のそれぞれで疲労試験を行った。一定繰返し数毎に疲労試験を中断し、き裂長さとき裂周辺の磁場を測定した。

与えた荷重から、き裂先端の応力拡大係数を算出した。その際、次式の4点曲げ実験における応力拡大係数 K_I を用いた^{②-3)-8}。

$$K_I = F_{1P} \cdot K_I |_{d/W \rightarrow \infty} \quad \text{②-3)-1}$$

$$K_I |_{d/W \rightarrow \infty} = \frac{3Pl}{tW^2} \sqrt{\pi a} \cdot F_{1M}(\alpha) \quad , \quad \alpha = \frac{a}{W} \quad \text{②-3)-2}$$

$$F_{1M}(\alpha) = 1.122 - 1.121\alpha + 3.740\alpha^2 + 3.873\alpha^3 - 19.05\alpha^4 + 22.55\alpha^5 \quad \text{②-3)-3}$$

P 、 l 、 t 、 W 、 a は試験片の形状及び荷重点の位置に依るパラメータである。 F_{1P} は実験方法に依る変数で、今回の実験では約 1.02 である。

図②-3)-19 は、疲労中に観察したき裂の例である。き裂が安定してスリットから y 方向に進展していることがわかる。磁場分布は平面分布と線分布の二種類を測定しているが、線分布がこのき裂に沿った分布である。

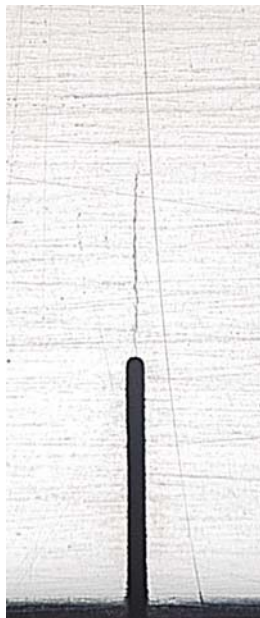


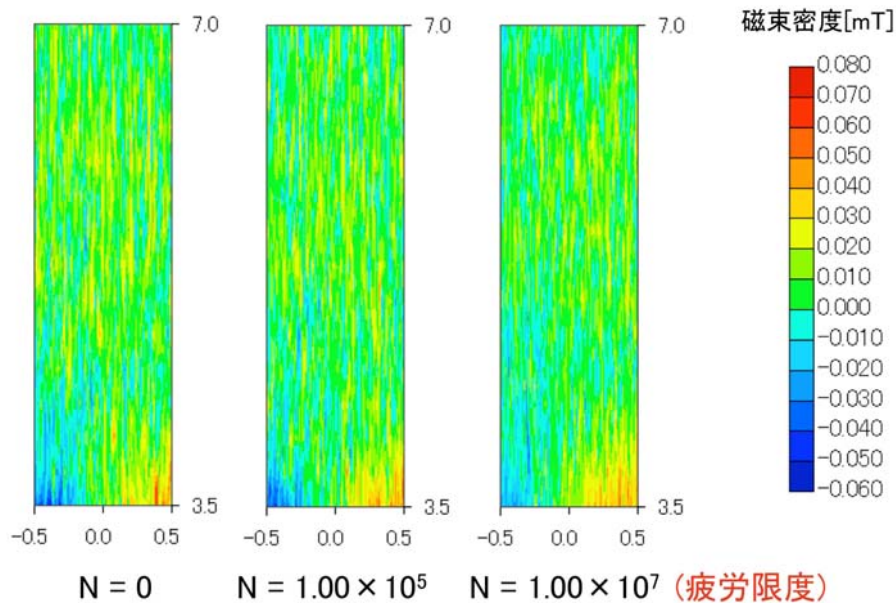
図 ②-3)-19 $N=1.00 \times 10^5$ におけるき裂
(SUJ2, $a=4.98\text{mm}$, $\Delta K_{N=0}=17.9 \text{ MPam}^{1/2}$)

【結果】

a. 磁場と疲労の関係

磁場の可視化技術を用いて、疲労と磁場の関係について新たな知見が得られた。まず、き裂が進展しない場合の磁場の特徴をまとめる。図②-3)-20 は、疲労にとまなう

スリット先端部の磁場変化である。き裂と座標の関係を参照すると、スリット先端が $Y=3.00\text{mm}$ に相当し、そのスリット先端から 0.5mm 離れた位置を底辺に Y 軸方向に 3.50mm 前方まで ($Y=7.00\text{mm}$ まで) の領域の磁場を可視化した結果が示されている。ここでき裂進展方向と垂直方向 (X 方向) の測定幅は 1mm である。観察したセンサーの高さは線分布の観察と同じ、 $200\mu\text{m}$ である。カラーのインディケーションは磁場の大きさを等高線状に分割表示したものである。磁束密度の単位は mT であり、正負は正が N 極へ向かう磁場の強さ、負はその逆である。この観察結果から、き裂が進展しない場合には、磁場が変化しないことがわかる。



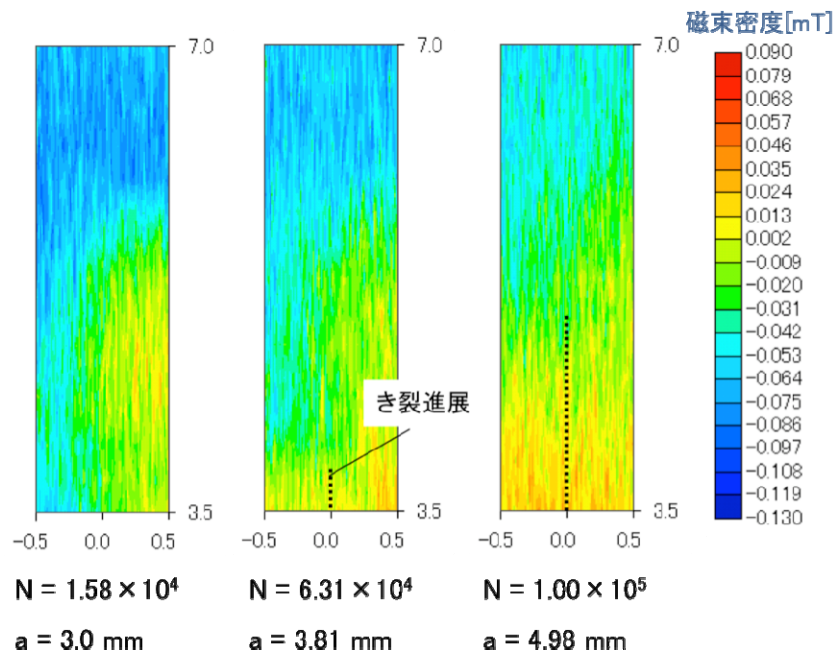
図②-3)-20 磁束密度分布測定結果 (SUJ2, 初期応力拡大係数幅 $\Delta K_{N=0} = 12.1 \text{ MPam}^{1/2}$, 繰返し数 N , き裂長さ $a=3.0\text{mm}$)

b. 磁場とき裂進展の関係

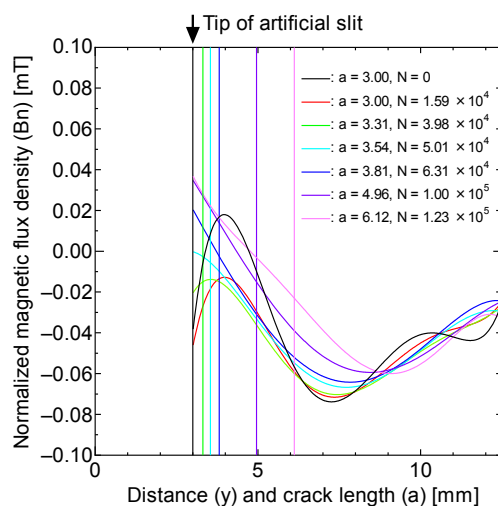
最大荷重 12.9kN で観察された磁場の平面分布を図②-3)-21 に示す。き裂の初期応力拡大係数幅 $\Delta K_{N=0} = 17.9 \text{ MPam}^{1/2}$ である。図には各繰返し数におけるき裂長さも重ねて示した。図中の ΔK は初期応力拡大係数幅、 N は繰返し数、 a はき裂長さ (mm) である。き裂の進展に伴い、磁束密度が少しずつ増加していることがわかる。ここで、重要なことは、き裂の先端で磁束密度が増加し、進展したき裂周りでも磁束密度が増加していることである。これは、塑性変形などの疲労き裂の周辺に生じる応力状態が原因であると考えられる。また、初期の分布が平滑化されていく様子が観察された。

き裂先端の磁場の变化挙動と平滑化の様子をさらに詳しく調べるため、き裂先端を含むき裂進展領域を詳細に調べた。この際、スキヤニングの設定によりき裂を含む線上の磁束密度分布を測定した。 $\Delta K_{N=0} = 16.0 \text{ MPam}^{1/2}$ の場合の磁束密度の測定結果を図②-3)-22 に示す。 12.5mm の長さは、人工的に設けたスリット 3.0mm を含む試験片底から中央までの距離である (試験片の全高は 25.0mm)。初期に有していた磁束密度分布のランダムさが、実験開始からき裂長さが約 3.5mm になるまでに、収束していくこと、特に下に凸の曲線に変化することが観察された。試験片によって初期の磁束密度分布

の形状・ランダムさは異なっているが、どの試験片の場合でも繰返し数の増加にともない磁束密度分布が下に凸の曲線に収束する結果から得られた。き裂長さが 3.5mm 以上になった後については、磁束密度分布は下に凸の曲線の形を保ったまま、き裂の進展とともに広い範囲にわたって増加していくことが明瞭に観察された。



図②-3)-21 磁束密度分布測定結果



図②-3)-22 き裂進展挙動と磁場分布の頂点位置の関係 ($\Delta K_{N=0} = 16.0 \text{ MPam}^{1/2}$)

以上のように磁束密度の変化に2つの段階があることが明らかとなった。各段階の傾向を次にまとめる。

初期 試験片ごとにランダムな磁束密度分布は、全て下に凸の分布に収束する。

後期 き裂の進展に伴い、下に凸の形状を保ったまま、磁束密度の値が増加する。

さらにここで重要なことは、き裂が進展する過程で磁場も変化し、その変化を本研究で開発した技術を使って明確に分離し、観察できるということである。これにより、

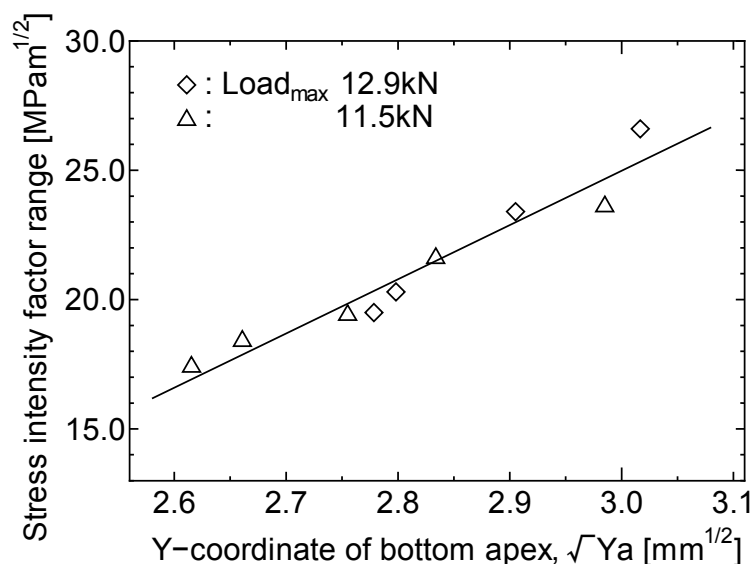
疲労き裂の程度を磁場の観察技術を使って調べることができていることが示された。このことは極めて重要である。また、き裂が進展しない下限界以下の応力拡大係数幅の場合は磁束密度分布が変化せず、き裂が進展する応力拡大係数幅の場合ではき裂が進展していない段階でも磁束密度分布の変化が観察された。つまり、き裂が進展しはじめる前の段階においても磁束密度の変化を測定することで、それが下限界より大きいかどうか調べることが可能であると考えられる。

以上のように、中間期の研究によって、本課題のテーマである「初期き裂進展段階でのき裂の状態を評価可能」な技術に対し、極めて有効な結論が得られた。

c. き裂進展にともなう応力拡大係数と磁場変化の関係

さきに述べたように、き裂の疲労程度、強度低下の把握は、構造物の運用上、応力拡大係数の変化として把握することができれば、さまざまな分野に貢献できる。そこで、磁場の変化の特徴を応力拡大係数の観点から検討することにした。

図②-3)-22 に示した各曲線のボトム的位置すなわち磁場分布の頂点の y 座標の位置がき裂の進展にともない移動することに着目し、この座標を Y_b と定義し、応力拡大係数幅との対応を確かめた。その結果を図②-3)-23 に示す。この実験では、異なる 2 つの初期の応力拡大係数の値を設定し、それぞれの状態からき裂が進展する様子を観察した。き裂先端の磁場分布の頂点位置はき裂進展にともない、応力拡大係数の増加にともなって増加する(進展方向に移動する)こと、その変化のパターンはすべての実験で応力拡大係数の増加に合わせた直線性を示すことが明らかとなった。これらのことから、磁場分布の変化は応力拡大係数と極めて強い相関関係があるということがわかった。これは、磁場分布のパターンをき裂先端前方で測定すれば、異なるき裂長さや異なる応力拡大係数の状態でも、ほぼ正確に応力拡大係数を評価できることを意味する。



図②-3)-23 疲労き裂進展過程における磁場の変化と応力拡大係数の関係

②-3) - 4 まとめと最終目標に向けた今後の取り組み

【まとめ】

中間目標である「鉄鋼材料での疲労初期き裂の3次元観察基礎技術の確立」に対し、マルテンサイト鋼を対象に、電子線後方散乱回折法による疲労損傷評価基礎技術、介在物の高速・自動切削法による3次元構造観察技術、磁場顕微法による疲労き裂先端の検出技術を開発し、疲労初期き裂の3次元観察技術の基礎を確立した。具体的には、以下の3つの基礎技術はいずれも優れた優位性を示した。

a. 電子線後方散乱回折 (EBSD) 法による疲労損傷評価基礎技術

疲労損傷一般に適用でき、汎用性が高い。また、競合技術である X 線回折法と比較して、100 倍の高空間分解能を有するのが特徴である。

本技術を低マルテンサイト組織の人工欠陥周りに形成した転動疲労き裂部近傍の損傷評価に適用し、ひずみ勾配領域での初期き裂形成、せん断変形部における結晶回転、初期き裂先端（塑性域）における微細粒の形成を見いだした。転動疲労は高サイクル数で破壊に至るが、き裂形成は十分なひずみ損傷（低サイクル）によることを支持している。また、硬さおよび残留応力の評価とあわせ、き裂は最大せん断応力域でなく、ひずみ勾配が大な領域に形成しており、2 次的な開口応力場 (Mode I) がせん断応力場 (Mode II) とともに初期き裂成長に関与していると推測される。

b. 介在物の高速・自動切削法による3次元構造観察技術

高強度鋼の逐次断面観察に不可欠な試料表面の精密切削を実現する超音波楕円振動切削装置、フラットバイト、高分解能レンズを導入し、鉄鋼材料の鏡面加工と顕微鏡観察を自動で行うシステムを構築した。金属材料はじめとした各種材料に適用でき、汎用性は高い。競合技術であるシリアルセクションングと比較して約50倍高速である。

介在物位置を特定した軸受鋼試験片に対して、本装置を用いて3次元観察を行い、内部介在物形状のモデリングを実施した。超音波探傷では測定できない介在物の複雑形状や、深さ方向に近接する介在物の境界、蛍光観察による介在物付近から生じた初期き裂の識別、介在物中の空隙やき裂を示唆する結果を得た。

c. 磁場顕微法による疲労き裂先端の検出技術

磁気センサーを用いて、き裂先端の磁場分布を観察する高精度磁場顕微鏡システムを作製し、世界初となる常温大気中で $10\mu\text{m}\times 10\mu\text{m}$ の平面分解能とき裂周辺の塑性領域の短時間観察に成功した。

き裂伝播一般に適用でき、汎用性は高い。競合技術である X 線応力測定と比較して2000倍高速である。これにより、従来不可能であった「き裂が進展する環境と同じ環境でき裂とそれに伴う材料変化を動的観察する技術」を実現した。

また、3次元磁場顕微観察において、応力拡大係数と磁場の相関性を発見した。

【最終目標に向けた今後の取り組み】

最終目標である「限界き裂長さに及ぼす非金属介在物と応力の影響を明確化」に向け、初期き裂起点となる介在物状態を明確にし、剥離に至るまでの過程を検証する。具体的には、3つの基礎技術を以下のように発展させる。

- a. 介在物周りの変形組織や介在物の剥離・割れと初期き裂形成との関係を抽出
- b. 介在物組成解析技術開発および、介在物種によるき裂発生・進展形態の定量的評価パラメータ導出とデータベース構築
- c. 転動疲労き裂における停留・伝播に及ぼす力学要因の抽出とモデル化

それら基礎技術の発展にあたり、各種介在物起点き裂による検証を行う上で、以下の道筋を得ている。すなわち、

- a. ひずみ勾配に着目したマルチスケール分析と介在物周りの精緻な観察を行い、介在物界面における初期き裂発生の観察データを取得する。高炭素量のマルテンサイト組織および軸受鋼への EBSD 法の適用については予備的観察が得られ、研磨条件や解析条件の最適化にも目処がついた。
- b. 切削面の組成分析には3次元内部構造顕微鏡にX線顕微鏡を搭載した蛍光X線観察システム（元素分析型3次元内部構造顕微鏡：理研）を利用する。今後、鏡面観察を達成するための各種介在物に対応する最適加工条件の検討を行う。これらの検討を元に、高分解能・ハイスループット観察を実現して、画像処理に基づく高精度解析モデルの作成を行う。さらに、介在物領域と初期き裂を明確に区別するため、蛍光観察システムを本格的に導入し、微小な初期き裂を容易に識別可能な染色条件や観察条件について検討を行う。
- c. 物理的に最小化した近接センサーと高速データ処理による広領域・3次元観察を可能にし、磁場顕微法の転動疲労き裂への適用を行う。そして、磁場分布形態の連続観察を重点的に行い、き裂下限界挙動の把握を行う。

さらに、応力シミュレーション結果と初期き裂の停留限界の条件をもとにした寿命予測モデルの検討が本格化するのにあわせ、各研究開発項目では、表②-3)-4 に示す年次展開と連携研究および成果の移転を図る。

表②-3)-4 研究計画の展開

| 研究開発項目 | 19年度 | 20年度 | 21年度 | 22年度 | 23年度 |
|--|--|---|----------------------------|--|------------------------------------|
| (助成) 転動疲労中の剥離プロセスの非破壊的経時変化観察技術高度化と剥離プロセス概況把握 | 酸化物系介在物を疲労き裂起点とした、剥離プロセスの経時的概況把握 | | | MnS、TiN系介在物を起点とした疲労き裂確認 | 全介在物(酸化物、MnS、TiN)に関する剥離プロセス概況把握 |
| (委託) 高強度鋼の局所的疲労損傷分布評価技術確立と影響因子の明確化 | 局所的疲労損傷分布評価の基礎技術検証 | マルテンサイト鋼人工欠陥材における転動疲労損傷評価への適用 | 転動疲労損傷評価への適用 各機関からの依頼分析 | 介在物周りの応力重畳状態の検討 | 転動疲労損傷に及ぼす組織要因の抽出とき裂発生機構のモデル化 |
| (委託) 高強度鋼の初期き裂形態3次元観察および介在物組成評価技術の確立 | 鉄鋼材料内介在物観察に向けた切削条件・観察手法の開発 | | 橋脚振動切削装置による切削条件最適化 | 介在物組成の分析と介在物および周辺き裂の観察 | き裂及び介在物の定量的評価パラメータの導出とデータベースの構築 |
| (助成) 非金属介在物周囲の応力状況シミュレーション技術の構築と転動疲労メカニズム明確化 | 応力シミュレーション基本モデル構築 | FIB-SEMによる高分解能3次元観察技術 初期き裂形態に及ぼす酸化物系介在物の要因抽出 | | 介在物組成情報を含む観察データの取得 MnS、TiN系介在物の応力シミュレーション | 応力シミュレーション活用による転動疲労機構解明 |
| (委託) 高強度鋼の初期き裂進展状況評価技術確立と影響因子明確化 | き裂評価方法の新規開発 | 3次元測定システムの高精度化 | き裂先端の高領域可視化システム構築と空間分解能の向上 | 転動疲労対応システム構築とき裂進展状態の観察 | き裂進展挙動あるいは停留に及ぼす種々要因の抽出とモデル化 |
| (助成) 材料力学と材料因子を考慮した寿命予測式の構築 | 酸化物系介在物起点における寿命予測式立案を目的としたサンプル試作と寿命試験の実施 | | | 介在物と初期き裂長さとの関係を明確化し、寿命予測精度の向上を図る | 全介在物(酸化物、MnS、TiN)に関する寿命予測式の完成とその検証 |

参考文献

- ②-3)-1 N.P. Suh, Wear, 44 (1977), 1-16
- ②-3)-2 R.S. Hyde, Rolling contact of hardened steel, ASM Handbook, vol. 19, ASM, 1996, 691-703
- ②-3)-3 A. Grabulov, R. Petrov and H.W. Zandbergen, Materials Science and Technology 2008, 2008, 682-695
- ②-3)-4 K. Sugino, K. Miyamoto, M. Nagumo, K. Aoki, Transactions ISIJ, 10 (1970), 98-111
- ②-3)-5 K. Ueda, N. Mitamura, Y. Murakami, M. Ohono, CAMP-ISIJ, 15 (2002), 1033-1036
- ②-3)-6 T. Fujimatu, K. Hiraoka, A. Yamamoto, Tetsu-to-Hagane, 94 (2008), 13-20
- ②-3)-7 Y. Sato, Proc. Soc. Mater. Sci. Jpn., 51 (2002), 294-295
- ②-3)-8 H. Nisitani and K. Mori, STRESS INTENSITY FACTORS HANDBOOK Vol.1, Y. Murakami ed., 1987, Pergamon Press, 16-17.

IV. 成果一覧

| | H19 | H20 | H21※ | 計 |
|------------|------|-------|-------|---------|
| 研究発表・講演 | 27 件 | 132 件 | | 159 件 |
| うち査読付き論文 | 6 件 | 38 件 | | 44 件 |
| 特許出願 | 2 件 | 8 件 | (9 件) | 10+(9)件 |
| 受賞実績 | 0 件 | 0 件 | 1 件 | 1 件 |
| 新聞・雑誌等への掲載 | 10 件 | 3 件 | | 13 件 |
| シンポジウム開催 | | | 1 件 | 1 件 |

※ : 平成21年度5月29日現在

(括弧) : 平成21年度内の実施予定案件

(1) 論文

| N0. | 著者 | 題目 | 掲載雑誌、年、ページ | SG名 |
|-----|-------------------------------|--|--|-----|
| 1 | 室蘭工大 駒崎慎一 | Creep property Measurement of Welded Joint of Reduced Activation Ferritic Steel by SP creep test | 11th International Conference on Creep and Engineering Materials and Structures, Bayreut Uni.(Germany) | CSG |
| 2 | 九州工業大学 徳永辰也 | Phase Transformation Behavior of Grade 91 Ferritic Steel | 11th International Conference on Creep and Engineering Materials and Structures, Bayreut Uni.(Germany) | CSG |
| 3 | 大阪大学 接合科学研究所 小溝裕一 | Microstructure Development of Ultra-High Strength Steel Weld Metal for Avoiding Hot and Cold Cracking | The 18th International Offshore and Polar Engineering Conference, July 6, 2008 | WSG |
| 4 | 室蘭工業大学 材料物性工学専攻 加藤太一朗、駒崎慎一 | Small Punch Creep Properties of Heat Affected Zones of Reduced Activation Ferritic Steel | 2008 ASME Pressure Vessels and Piping Conference (Chicago, USA) 主催者：米国機械学会 | CSG |
| 5 | 物質・材料研究機構 阿部富士雄 | NEW DEVELOPMENT ON BORON METALLURGY OF CREEP-RESITANT 9%CR STEEL FOR USC POWER PLANT AT 650°C | International Conference on New Developments on Metallurgy and Applications of High Strength Steels (Buenos Aires, Argentina) 主催者：同上国際会議 組織委員会 | CSG |
| 6 | 物質・材料研究機構 阿部富士雄 | Effect of boron on creep deformation behavior and microstructure evolution in 9 % Cr steel at 650°C | International Journal of Materials Research (formerly: Zeitschrift fuer Metallkunde)誌 | CSG |
| 7 | 物質・材料研究機構 阿部富士雄 | Analysis of creep rates of tempered martensitic 9%Cr steel based on microstructure evolut | 11th International Conference on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures (Creep 2008) 主催者：同上国際会議 組織委員会 | CSG |
| 8 | 横浜国立大学大学院工学研究院 梅澤 修 | NOVEL TECHNIQUES CHARACTERIZING SUBSURFACE FATIGUE CRACK GENERATION AND CRACK GROWTH IN MARTENSITE STEELS | New Methods of Damage and Failure Anaysis of Structure Parts 主催者：VŠB-Technical University of Ostrava | EM |
| 9 | 横浜国立大学大学院 梅澤 修 | Subsurface fatigue crack generation and strain incompatibility near grain boundaries for a nitrogen-strengthened austenitic steel at cryogenic temperature | Fatigue Damage of Structural Materials VII 主催者：Elsevier | EM |
| 10 | 大阪大学接合科学研究所 志賀千晃 | Effect of MS temperature on residual stress in welded joints of high strength steel | 61st Annual Assembly of International Institute of Welding | W |
| 11 | 物質・材料研究機構 畠田浩義、浅利裕介、館山佳尚、大野隆央 | Ab initio study on hydrogen-defect interaction in alpha-Fe and its role in hydrogen embrittlement | 2008 International Hydrogen Conference - Effects of Hydrogen on Materials American Society of Mechanical Engineers, General Motors Corporation, Toyota, OCAS, Materials Information Society 2008年9月7-10日 | H |
| 12 | 物質材料研究機構 邱 海、斉錦剛、殷 福星、平岡和雄 | Evaluation of Martensite Transformation Kinetics by Dilatation Curve | Metallurgical and Materials Transactions A 主催者：アメリカTMS | W |
| 13 | 大阪大学大学院工学研究科 高嶋康人、南二三吉 | Fracture Toughness Evaluation of Laser Beam Welded Joints of 780 MPa Strength Class Steel | IIW2008(第61回) | W |
| 14 | 物質・材料研究機構 阿部富士雄 | Boundary and Sub-boundary Hardening in High-Cr Ferritic Steels During Long-term Creep at 650oC | 7th International MPA-IfW-NIMS-Workshop on Advances in High Temperature Materials for High Efficiency Power Plants 主催者：Stuttgart大学、Darmstadt工科大学、物材機構 | CSG |
| 15 | 東北大学 丸山公一 | クリーブ破断時間予測の現状と課題 | ふえらむ(日本鉄鋼協会会報) 主催者：日本鉄鋼協会 | CSG |
| 16 | 東北大学 丸山公一 | Cr Concentration Dependent Overestimation of Long Term Creep Life in 9 - 12Cr Ferritic Steels | 7th International MPA-IfW-NIMS-Workshop on Advances in High Temperature Materials for High Efficiency Power Plants 主催者：Stuttgart大学、Darmstadt工科大学、物材機構 | CSG |
| 17 | 九州大学 木田勝之 | Changes in magnetic flux density around fatigue crack tips | Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures | EM |

| | | | | |
|----|---|---|--|-----|
| 18 | 物質・材料研究機構 塚本 進 | Distribution of Wire Feeding Elements in Laser-Arc Hybrid Welding | 27th International Congress on Applications of Laser & Electro-Optics 主催者: Laser Institute of America | W |
| 19 | 大阪大学接合科学研究所 小溝裕一 | Controlling the phase evolutions during welding toward developments of high strength steel weld metal with martensite microstructure | Trends in Welding Research 2008 主催者: ASM international | W |
| 20 | 大阪大学大学院 早田 新 | Formation of Retained Austenite in Triplex Stainless Steel Weld Metal | The 8th International Symposium of the Japan Welding Society (8WS) 主催者: (社)溶接学会 | W |
| 21 | 物質・材料研究機構 邱 海、斉錦剛、平岡和雄、左 宏 | Measurement of retained austenite content in weld metal | Proceedings of the 8th International Welding Symposium 主催者: 日本溶接学会 | W |
| 22 | 物質・材料研究機構 趙 琳 | Homogeneity of Wire Feeding Elements in CO ₂ Laser-GMA Hybrid Welds | 8th International Symposium of JWS 主催者: (社)溶接学会 | W |
| 23 | ㈱神戸製鋼所 名古秀徳、岡崎喜臣、武田裕之 | Study on Structures at As Welded Zone and Reheated Zone in 9%Ni Steel Similar Composition Weld Metal | 8th International Symposium of the Japan Welding Society 主催者: (社)溶接学会 | W |
| 24 | 大阪大学大学院工学研究科 三上欣希、望月正人、豊田政男 | A Parametric Study on the Effect of the Transformation Expansion of High-strength Weld Metal on the Restraint Stress | 8th International Symposium of the Japan Welding Society 主催者: (社)溶接学会 | W |
| 25 | 大阪大学接合科学研究所 申 孜孝、中田一博 | Effect of gap width and groove angle on weld formation of thick carbon steel by 4 kW fiber laser and MAG arc hybrid welding | 8th International Symposium of the Japan Welding Society 主催者: (社)溶接学会 | W |
| 26 | 大阪大学接合科学研究所 小鶴哲史 | Observation of arc phenomena in plasma GMA welding process | 8th International Symposium of JWS 主催者: (社)溶接学会 | W |
| 27 | 日本原子力研究開発機構 海老原健一、鈴木知明、藤木英雄、上智大学理工学部 高井健一、新日本製鐵㈱ 竹林重人 | 純鉄及び共析鋼の昇温脱離分析による水素放出プロファイルのモデリング | 「鉄と鋼」 Vol.94(2008), No.11 11月号 (社)日本鉄鋼協会 | H |
| 28 | 大阪大学 水口 隆、山下 将嗣、寺田 大将、辻 伸泰 | Hot Deformation and Dynamic Recrystallization Behaviors of Medium Carbon Steel in Austenite Region | Journal of Materials Processing Technology | F |
| 29 | 九州工業大学 徳永辰也 | Phase transformation behaviour of creep-strength enhanced 9% Cr steels | 2nd International ECCO Conference 主催者: European Creep Collaborative Committee | CSG |
| 30 | 物質・材料研究機構 阿部富士雄 | Heat-to-Heat Variation in Long-term Creep Strength of Some Ferritic Steels | 2nd International ECCO Conference European Creep Collaborative Committee | CSG |
| 31 | 新日本製鐵株 長谷川 泰士 | Type IV damage mechanism due to the microstructure weakening in the HAZ of a multi-layer welded joint of the W containing 9%Cr ferritic creep resistant steel | Creep & Fracture in High Temperature Components-design & Life Assessment Issues 主催者: European Creep Collaborative Committee | CSG |
| 32 | 九州工業大学 増山不二光 | Comprehensive Approach to Creep Life Assessment of Martensitic Heat Resistant Steels | Creep & Fracture in High Temperature Components-design & Life Assessment Issues 主催者: European Creep Collaborative Committee | CSG |
| 33 | 物質・材料研究機構 花村年裕 | Dependence of yield strength on ferrite grain size in ferrite/cementite and ferrite / pearlite structures of medium carbon | Thermec 2009 (Technical University-Berlin, Germany) 主催者: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society) | F |
| 34 | 室蘭工業大学 材料物性工学科 駒崎慎一 | Small Punch Creep Properties of Welded Joint of High Cr Ferritic Steel | 2nd International ECCO Conference 主催者: European Creep Collaborative Committee | CSG |
| 35 | 九州工業大学大学院 増山不二光 | Effect of Specimen Size and Shape on Creep Rupture Behavior of Creep Strength Enhanced Ferritic Steel Welds | International Conference WELDS 2009 主催者: Electric Power Research Institute | CSG |

| | | | | |
|----|---------------------------|---|---|-----|
| 36 | 物質・材料研究機構 花村年裕 鳥塚史郎 | Dependence of yield strength on ferrite grain size in ferrite/cementite and ferrite / pearlite structures of medium carbon steel | ISIJ International | F |
| 37 | 九州工業大学 徳永辰也 | Phase Transformation Behavior of Boron Containing 9% Cr Heat Resistant Steels | Thermec 2009 主催者: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society) | CSG |
| 38 | 東京工業大学 石川茂浩, 松尾孝, 竹山雅夫 | Site Occupation and Defect Structure of Fe2Nb Laves Phase in Fe-Nb-M Ternary Systems at Elevated Temperatures | MRS Symposium: Advanced Intermetallic-Based Alloys for Extreme Environment and Energy Applications 主催者: Materials Research Society | CSG |
| 39 | 東京工業大学 高田尚記, 松尾孝, 竹山雅夫 | Transmission Electron Microscopy of Fe2Nb Laves Phase with C14 structure in Fe-Nb-Ni Alloys | MRS Symposium: Advanced Intermetallic-Based Alloys for Extreme Environment and Energy Applications 主催者: Materials Research Society | CSG |
| 40 | 物質・材料研究機構 阿部富士雄 | Microstructure Evolution in HAZ and Suppression of Type IV Fracture in Advanced Ferritic Power Plant Steels | International Conference WELDS 2009 主催者: EPRI | CSG |
| 41 | 東北大学 丸山 公一 | Cr Concentration Dependence of Overestimation of Long Term Creep Life in Strength Enhanced High Cr Ferritic Steels | 2nd International Conference on: Creep and Fracture in High Temperature Components - Design and Life Assessment 主催者: European Creep Collaborative Committee (ECCC) | CSG |
| 42 | 東北大学 丸山 公一 | Temperature and Stress Dependence of Creep Life of welded Joints in Strength Enhanced High Cr Ferritic Steels | International Conference : WELD 2009 主催者: EPRI (USA) | |
| 43 | JFEスチール株式会社 長谷和邦 | Formation of Ultra Fine Ferrite Grain with Spheroidized Cementite Particles by Warm Deformation of Medium Carbon Steel | ASIA STEEL 2009 主催者: The Korean Institute of Metals and Materials | F |
| 44 | 理化学研究所 藤崎和弘, 横田秀夫 | Observation of Three-dimensional Internal Structure of Steel Materials by Means of Serial Sectioning with Ultrasonic Elliptical Vibration Cutting | Journal of Microscopy | EM |

(2) 学会発表

| No. | 発表先 | 発表題目 | 年月日 | 発表者 | SG名 |
|-----|--|---|----------------|---------------------|-----|
| 1 | hftM2007材料力学部門講演会 | 昇温脱離分析法による各種格子欠陥にトランプされた水素のピーク分離 | 2007年10月24～26日 | 上智大学 藤田 圭 | H |
| 2 | 溶接学会高エネルギービーム加工研究委員会 第57回高エネルギービーム加工研究委員会 | ハイブリッド溶接におけるワイヤ添加元素の分布状況 | 2008年2月13日 | 物質・材料研究機構 | W |
| 3 | M&M若手研究者による国際シンポジウム 主催：日本機械学会材料力学部門 | Hydrogen Distribution in Defective Iron and Its Effect on Mechanical Property | 2008年3月9～10日 | 大阪大学基礎工学部 森 英喜 | H |
| 4 | 社団法人日本機械学会 関西支部 第83期定時総会講演会 | 磁場顕微鏡の開発とき裂進展挙動の観察 | 2008年3月14日 | 大阪大学 木田勝之、岡野秀基 | EM |
| 5 | 日本金属学会2008年春季大会 シンポジウム 基調講演 | 粒界凝集エネルギー(2 γ)の第一原理計算 | 2008年3月26～28日 | 日本原子力研究開発機構 山口 正剛 | H |
| 6 | 鉄鋼協会平成20年春季講演大会 社団法人日本鉄鋼協会 | 内部起点型転がり疲れの研究課題 | 2008年3月26～28日 | 山陽特殊製鋼(株) 平岡 和彦 | EM |
| 7 | 鉄鋼協会平成20年春季講演大会 社団法人日本鉄鋼協会「溶接分科会シンポジウム」 | 溶接SUB Grの狙いと取り組み方針 | 2008年3月27日 | NIMS 平岡和雄 | W |
| 8 | 鉄鋼協会平成20年春季講演大会 主催者：社団法人日本鉄鋼協会「溶接分科会シンポジウム」 | 革新的溶接プロセス(クリーンMIG溶接)の開発 | 2008年3月27日 | 大阪大学 田中 | W |
| 9 | 鉄鋼協会平成20年春季講演大会 主催者：社団法人日本鉄鋼協会「溶接分科会シンポジウム」 | 革新的機能溶接金属～オキサイドメタラジールからマルテンサイトメタラジールへ | 2008年3月27日 | 大阪大学 小溝 | W |
| 10 | 鉄鋼協会平成20年春季講演大会 主催者：社団法人日本鉄鋼協会「溶接分科会シンポジウム」 | 高温クリープSUB Grの狙いと取り組み内容 | 2008年3月27日 | 住金 五十嵐 | CR |
| 11 | 鉄鋼協会平成20年春季講演大会 社団法人日本鉄鋼協会「溶接分科会シンポジウム」 | SPクリープ及び組織評価解析技術 | 2008年3月27日 | 室蘭工大 駒崎 | CR |
| 12 | 鉄鋼協会平成20年春季講演大会 社団法人日本鉄鋼協会「溶接分科会シンポジウム」 | リアルタイム組織損傷計測技術の開発と寿命診断技術の確率 | 2008年3月27日 | 大阪大学 白井 | CR |
| 13 | 鉄鋼協会平成20年春季講演大会 主催者：社団法人日本鉄鋼協会「溶接分科会シンポジウム」 | 水素脆化SUB Grの狙いと取り組み内容 | 2008年3月27日 | NIMS 津崎 | H |
| 14 | 鉄鋼協会平成20年春季講演大会 主催者：社団法人日本鉄鋼協会「溶接分科会シンポジウム」 | 各種格子欠陥における水素存在状態解析 | 2008年3月27日 | 上智大学 高井 | H |
| 15 | 鉄鋼協会平成20年春季講演大会 主催者：社団法人日本鉄鋼協会「溶接分科会シンポジウム」 | マルテンサイト組織の水素脆化破壊限界 | 2007年3月27日 | JAEA 燕木 | H |
| 16 | 日本鉄鋼協会 第155回春季講演大会 | 「計算工学による組織と特性予測技術研究会」の組織予測グループの活動報告と先端的制御鍛造プロジェクトの紹介 | 2008年3月27日 | 豊橋技術科学大学系 梅本 実 | F |
| 17 | 日本鉄鋼協会 第155回春季講演大会 | 鍛造部品用炭素鋼の相変態挙動に及ぼすバナジウム添加の影響 | 2008年3月27日 | 豊橋技術科学大学 梅本 実、丸山 拓郎 | F |
| 18 | 日本鉄鋼協会 第155回春季講演大会 | 鍛造部品用炭素鋼の強度に及ぼすバナジウム添加の影響 | 2008年3月27日 | 豊橋技術科学大学 梅本 実、伊藤 彰紀 | F |
| 19 | 日本鉄鋼協会 第155回春季講演大会 | 高温焼戻しマルテンサイト鋼における疲労起点介在物周りの観察 | 2008年3月27日 | 横浜国立大学 鈴木宏幸、梅澤修 | EM |
| 20 | 溶接学会平成20年度春季全国大会 | Effect of oxygen on distribution of wire feeding elements in laser/GMA hybrid welding | 2008年4月8～10日 | 物質・材料研究機構 | W |
| 21 | 溶接学会平成20年度春季全国大会 | 厚鋼板におけるファイバーレーザ・マグアークハイブリッド溶接特性(第1報) | 2008年4月8～10日 | 大阪大学接合科学研究所 中田 | W |
| 22 | 溶接学会平成20年度春季全国大会 | 高出力ファイバーレーザによる高張力鋼の溶接とその現象 | 2008年4月8～10日 | 大阪大学接合科学研究所 片山 | W |

| | | | | | |
|----|---|--|---------------|---|----|
| 23 | 溶接学会平成20年度春季全国大会 | プラズマGMA溶接におけるアーク現象の観察 | 2008年4月9日 | 大阪大学接合科学研究所 田中 | W |
| 24 | 日本材料学会 第13回分子動力学シンポジウム | 経路積分分子動力学法を用いた水素拡散過程の活性化エネルギーの評価 | 2008年5月23日 | 大阪大学大学院 牛田裕己 | H |
| 25 | 日本材料学会 第13回分子動力学シンポジウム | α -鉄中での水素と欠陥の相互作用のモデリング | 2008年5月23日 | 大阪大学大学院 森 英喜 | H |
| 26 | 日本材料学会 第13回分子動力学シンポジウム | α -鉄中の水素場と欠陥場の発展のモデリング | 2008年5月23日 | 大阪大学大学院 塚塚 肇 | H |
| 27 | 日本材料学会 第57期通常総会・学術講演会 | 8Cr-2W-VTa鋼溶接継手局所領域のクリープ特性評価 | 2008年5月24日 | 室蘭工業大学 駒崎慎一、加藤太一朗 | CR |
| 28 | 平成20年度春期講演大会 日本高圧力技術協会 | 9%Crマルテンサイト系耐熱鋼の溶接熱影響部のTypeIV型損傷機構に関する考察 | 2008年5月30日 | 新日本製鐵㈱ 長谷川泰士、溝口昌毅 | CR |
| 29 | 日本学術振興会 耐熱金属材料第123委員会 研究会 | 炭素無添加Fe-20Cr-30Ni-2Nbオーステナイト系耐熱鋼のクリープ特性 | 2008年7月14日 | 東工大 高田尚記、松尾孝、竹山雅夫 | Cr |
| 30 | 日本学術振興会 耐熱金属材料第123委員会 研究会 | Fe-Nb-M3系におけるFe2Nb Laves相の相領域及びM元素の置換挙動 | 2008年7月14日 | 東工大 石川茂浩、高田尚記、松尾孝、竹山雅夫 | Cr |
| 31 | (独)物質・材料研究機構 NIMS conference | Evaluation of Hydrogen Entry and Delayed Fracture | 2008年7月16日 | (独)物質・材料研究機構 秋山英二、李松杰、張作貴、王毛球、松門克浩、津崎兼彰 | H |
| 32 | (独)物質・材料研究機構 NIMS conference | Modeling of the Mechanism of Delayed Fracture Initiation | 2008年7月16日 | (独)日本原子力研究開発機構 システム計算科学センター 蕪木英雄、山口正剛、海老原健一、板倉充洋、門吉朋子、鈴木知明 | H |
| 33 | 日本鉄鋼協会・日本金属学会 中国四国支部鉄鋼第51回・金属第48回合同支部講演大会 | Laser溶接金属中アシキュラーフェライトの巨視的組織観察 | 2008年8月7日 | 愛媛大学大学院 磯村紀世(院生)、真鍋一生(院生)、小林千悟、仲井清眞、阪本辰顕、JFEスチール㈱スチール研究所 安田功一 | W |
| 34 | (社)溶接学会 平成20年度秋季全国大会 | 14Cr系高強度鋼溶接金属の凝固組織解析 | 2008年9月10日 | 大阪大学接合科学研究所 小溝裕一 | W |
| 35 | (社)溶接学会 平成20年度秋季全国大会 | プラズマGMA溶接におけるアーク現象の観察(第2報) | 2008年9月10日 | 大阪大学接合科学研究所 田中研究室 小鶴哲史 | W |
| 36 | (社)溶接学会 平成20年度秋季全国大会 | 980MPa級高強度鋼溶接継手の破壊性能に及ぼす溶接金属の加工硬化特性の影響の解析的検討 | 2008年9月10~12日 | 大阪大学大学院工学研究科 高嶋康人 | W |
| 37 | (社)溶接学会 平成20年度秋季全国大会 | 9Ni共金系溶接金属における原質部/再熱部組織に関する研究 | 2008年9月12日 | ㈱神戸製鋼所 名古屋徳、岡崎喜臣、武田裕之、末永和之、中西浩二郎 | W |
| 38 | (社)溶接学会 平成20年度秋季全国大会 | 残留オーステナイトのTRIP効果による疲労き裂進展遅延の検証 | 2008年9月12日 | 大阪大学 岐山雄亮 | W |
| 39 | (社)日本機械学会 M&M2008材料力学カンファレンス | 経路積分分子動力学法による鉄結晶中の水素拡散過程の解析 | 2008年9月17日 | 大阪大学大学院 牛田裕己 | H |
| 40 | (社)日本機械学会 M&M2008材料力学カンファレンス | BCC鉄中の水素濃度場と転位場のダイナミクス | 2008年9月18日 | 大阪大学大学院 森 英喜 | H |
| 41 | 日本鉄鋼協会 2008年秋期講演大会 | 中・高炭素鋼における粒径・組織と降伏応力の関係 | 2008年9月23日 | 物質・材料研究機構 花村年裕、鳥塚史郎 | F |
| 42 | (社)日本鉄鋼協会 第156回秋季講演大会 | Laser溶接金属の微細組織形成に及ぼす介在物ならびに冷却速度の影響 | 2008年9月23日 | 愛媛大学大学院 理工学研究科 真鍋一生(院生)、仲井清眞、小林千悟、阪本辰顕、JFEスチール㈱スチール研究所 安田功一 | W |
| 43 | (社)日本鉄鋼協会 第156回秋季講演大会 | 透過型電子顕微鏡によるLaser溶接金属部微細組織の解析 | 2008年9月23日 | | W |
| 44 | (社)日本鉄鋼協会 第156回秋季講演大会 | 急冷溶接金属の微細組織形成に及ぼす介在物ならびに冷却速度の影響 | 2008年9月23日 | 愛媛大学大学院 理工学研究科 真鍋一生(院生)、仲井清眞、小林千悟、阪本辰顕、JFEスチール㈱スチール研究所 安田功一 | W |
| 45 | (社)日本鉄鋼協会 第156回秋季講演大会 | Laser溶接金属部微細組織のTEM組織解析 | 2008年9月23日 | | W |
| 46 | 第156回秋季講演大会 討論会 日本鉄鋼協会 | 9Crフェライト系耐熱鋼の溶接熱影響部の組織エネルギー評価 | 2008年9月23~25日 | 名古屋大学工学研究科 村田純教 | CR |
| 47 | 第156回秋季講演大会 討論会 | SP試験による8Cr-2W-VTa鋼溶接継手局所領域のクリープ特性評価 | 2008年9月23~25日 | 室蘭工業大学 駒崎慎一、加藤太一朗 | CR |
| 48 | 第156回秋季講演大会 討論会 | 700°C級高効率火力発電適用を目指した耐熱材料および強度予測技術の開発 | 2008年9月23~25日 | 新日本製鐵㈱ 長谷川泰士 | CR |
| 49 | 第156回秋季講演大会 討論会 | 先進高Crフェライト鋼の長時間クリープでの強度低下の原因とその検出 | 2008年9月23~25日 | 東北大学 丸山公一 | CR |

| | | | | | |
|----|---|---|-----------------------------|--|----|
| 50 | 第156回秋季講演大会 日本鉄鋼協会 | 等温変態したV添加パーライト鋼のミクロ組織と硬さ | 2008年9月23～25日 | 住友金属小倉 大藤善弘 | F |
| 51 | 第156回秋季講演大会 討論会 日本鉄鋼協会 | コイルばねクリープ試験法によるSUS304鋼のクリープ挙動解析 | 2008年9月23～25日 | 九州大学 中島英治、光原昌寿 | CR |
| 52 | 第156回秋季講演大会 日本鉄鋼協会 | V添加中炭素鋼の等温変態したフェライト中での相界面析出挙動 | 2008年9月23～25日 | 神戸製鋼所 村上俊夫、畑野 等 東北大学 宮本吾郎、古原 忠 | F |
| 53 | 第156回秋季講演大会 討論会 日本鉄鋼協会 | クリープ損傷高温その場測定陽電子寿命スペクトロメータ | 2008年9月23～25日 | 京都大学 白井泰治 | CR |
| 54 | 第156回秋季講演大会 日本鉄鋼協会 | 中炭素鋼中のVCNとCuの複合析出挙動 | 2008年9月23～25日 | 岡山大学 坂本大典、瀬沼武秀 | F |
| 55 | 第156回秋季講演大会 日本鉄鋼協会 | オーステナイト域におけるV(C,N)の析出挙動のモデル化 | 2008年9月23～25日 | 岡山大学 首藤智旭、瀬沼武秀 | F |
| 56 | 第156回秋季講演大会 討論会 日本鉄鋼協会 | 金属間化合物を強化相とするオーステナイト系耐熱鋼のクリープ特性 | 2008年9月23～25日 | 東京工業大学 高田尚記、竹山雅夫 | CR |
| 57 | 第156回秋季講演大会 討論会 日本鉄鋼協会 | 高Crフェライト系耐熱鋼溶接継手のクリープ特性改善 | 2008年9月23～25日 | 物質・材料研究機構 塚本進、阿部富士雄 | CR |
| 58 | 第156回秋季講演大会 日本鉄鋼協会 | V添加中炭素鋼における初析フェライト変態の結晶学とVCの相界面析出 | 2008年9月23～25日 | 東北大学 宮本吾郎、古原忠 | F |
| 59 | 第156回秋季講演大会 日本鉄鋼協会 | 中炭素鋼の初析フェライト生成に伴うVC相界面析出 | 2008年9月23～25日 | 東北大学 堀亮太、古原忠 | F |
| 60 | 日本鉄鋼協会 第156回秋季講演大会 | 組織診断プラットフォームの構築に基づくFactor of 1.2の高精度クリープ強度予測法の開発 | 2008年9月23～25日 | 大阪大学 山下 将嗣、水口 隆、寺田 大将、辻 伸泰 | F |
| 61 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | 中炭素鋼の温間加工による微細組織形成 | 2008年9月23～25日 | JFEスチール株式会社 長谷和邦 | F |
| 62 | 日本金属学会2008年秋季(第143回)大会 主催者:日本金属学会 | 鉄中の水素-欠陥相互作用に関する第一原理計算 | 2008年9月23～25日 | 物質・材料研究機構 羽田浩義、浅利裕介、館山佳尚、大野隆央 | H |
| 63 | 156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 平成20年度夏期講演大会 (社)日本鉄鋼協会北海道支部 | 中炭素鋼における逆変態 γ 結晶粒径に及ぼす組成および前組織の影響 (逆変態 $\cdot\gamma$ 域鍛造加工再結晶プロセスによる細粒強化の検討-1) | 2008年9月23～25日 2008年7月24日 | 新日本製鐵(株) 寺本真也、藤田崇史、加田修、戸田正弘、大阪大学 辻伸泰 | F |
| 64 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | 「Ni基耐熱合金における γ/γ' 整合析出強化の基礎的検討 | 2008年9月23～25日 | 住友金属工業(株) 米村光治 | C |
| 65 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | マルテンサイト組織回復によるクリープ損傷のCDM法に基づくモデル化とデータの記述 | 2008年9月23～25日 | 住友金属工業(株) 仙波潤之 | C |
| 66 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | Ni基耐熱合金の強化因子抽出とクリープ特性への影響 | 2008年9月23～25日 | 住友金属工業(株) 浜口友彰 | C |
| 67 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | バナジウム添加S45C鋼の変態温度による組織・硬度変化 | 2008年9月23～25日 | 豊橋技術科学大学 杉田一樹、丸山拓郎、横山誠二、戸高義一、梅本実 | F |
| 68 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | 転動疲労過程における非金属介在物を起点とした亀裂の発生挙動 | 2008年9月23～25日 | 愛知製鋼(株) 宇田川毅志 | EM |
| 69 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | Evaluation of susceptibility to delayed fracture of exposed SCN435 steel by slow strain rate test | 2008年9月23～25日 | NIMS 津崎兼彰 | H |
| 70 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | Fe-20Cr-30Ni-2Nbオーステナイト系耐熱鋼のクリープにおける相界面析出 | 2008年9月23～25日 | 東工大 芳村和寛、松尾 孝、竹山雅夫 | Cr |
| 71 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | Fe-20Cr-30Ni-2Nbオーステナイト系耐熱鋼のクリープにおける相界面析出 | 2008年9月23～25日 | 東工大 倉田桂一、松尾 孝、竹山雅夫 | Cr |
| 72 | 第143回秋季講演大会 主催者:日本金属学会 | Fe-Ti-Ni3元系の γ -Fe/Fe2Ti相間の相平衡における実験と計算 | 2008年9月23～25日 | 東工大 杉浦友章、松尾 孝、竹山雅夫 | Cr |
| 73 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | 共析鋼パーライト変態におけるVC相界面析出 | 2008年9月23～25日 | 東北大学 西村彰洋、宮本吾郎、古原 忠 | F |
| 74 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | 鍛造部品用炭素鋼の組織と硬さに対するバナジウム添加の影響 | 2008年9月23～25日 | 豊橋技術科学大学 丸山拓郎 | F |
| 75 | 日本金属学会 2008年秋季大会 | 相界面析出エネルギーの第一原理計算:水素の脆化効果 | 2008年9月23～25日 | (独)日本原子力研究開発機構 山口正剛、海老原健一、鈴木知明、板倉洋洋、蕪木英雄 | H |
| 76 | (社)日本鉄鋼協会 第156回秋季講演大会 | 水素放出プロファイルにおける水素拡散の影響 -数値シミュレーションによる考察 | 2008年9月23～25日 | (独)日本原子力研究開発機構 海老原健一、鈴木知明、蕪木英雄、上智大学理工学部 高井健一 | H |
| 77 | (社)日本鉄鋼協会 第156回秋季講演大会 | 高強度鋼の弾性・塑性変形過程における水素放出の動的挙動 | 2008年9月23～25日 | 上智大学 佐藤勇太、藤田圭、鈴木啓史、高井健一、萩原行人 | H |

| | | | | | |
|-----|---|--|---------------|--|----|
| 78 | (社)日本鉄鋼協会 第156回秋季講演大会 | 低温昇温脱離分析装置を用いた水素放出スペクトル | 2008年9月23~25日 | 上智大学 佐藤勇太、藤田圭、鈴木啓史、高井健一、萩原行人 電子科学 前島邦光、宮林延良 | H |
| 79 | (社)日本鉄鋼協会 第156回秋季講演大会 | 低温昇温脱離分析法による各種格子欠陥を有する純鉄の水素放出スペクトル | 2008年9月23~25日 | 上智大学 藤田 圭、佐藤勇太、鈴木啓史、高井健一、萩原行人 | H |
| 80 | (社)日本鉄鋼協会 第156回秋季講演大会 | Evaluation of susceptibility to delayed fracture of exposed SCM435 steel by slow strain rate test | 2008年9月23~25日 | (独)物質・材料研究機構 李松杰、秋山英二、津崎兼彰 | H |
| 81 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | 高強度フェライト系耐熱鋼の3次クリープと硬さモデル | 2008年9月24日 | 九州工業大学 徳永英之、増山不二光 | Cr |
| 82 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | 交流電気抵抗法による組織劣化過程の測定 | 2008年9月24日 | 九州工業大学 本谷佳恵、増山不二光 | Cr |
| 83 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | フェライト系耐熱鋼のクリープ強度に及ぼす化学成分と構成相の影響 | 2008年9月24日 | 九州工業大学 肴場正起、増山不二光 | Cr |
| 84 | 第156回秋季講演大会 主催者:(社)日本鉄鋼協会 | 鍛造部品用炭素鋼の力学特性に及ぼすバナジウム添加の影響 | 2008年9月24日 | 豊橋技術科学大学 伊藤彰紀 | F |
| 85 | (社)日本鉄鋼協会 第156回秋季講演大会 | 純アルゴンMIG溶接のビード形成に与える微量酸素の影響 | 2008年9月24日 | 大阪大学接合科学研究所 田中研究室 小鶴哲史 | W |
| 86 | IFHTSE2008 日本熱処理技術協会 | EBSA Analysis on Fatigue Damage around Small Crack in Fully Tempered Martensitic Steel | 2008年10月28日 | 横浜国大 山地 豊、梅澤 修 | EM |
| 87 | IFHTSE 2008 主催者:日本熱処理技術協会、国際熱処理連盟 | Solubility and Site Occupation of Transition Metal M in Fe2Nb Laves Phase at Elevated Temperatures | 2008年10月28日 | 東工大 石川茂浩、高田尚記、松尾 孝、竹山雅夫 | Cr |
| 88 | (社)日本機械学会 第21回計算力学講演会 CMD2008 | 水素脆化の表面エネルギー低下説:第一原理計算による研究 | 2008年11月1~3日 | (独)日本原子力研究開発機構 山口正剛、海老原健一、鈴木知明、板倉充洋、蕪木英雄 | H |
| 89 | (社)日本機械学会 第21回計算力学講演会 | BCC鉄中における転位場と水素場の相互作用およびその時間発展解析 | 2008年11月2日 | 大阪大学大学院 森 英喜 | H |
| 90 | 日本学術振興会耐熱金属材料第123委員会 研究会 日本学術振興会 | Fe-20Cr-30Ni-2Nbオーステナイト系耐熱鋼のクリープ抵抗に及ぼす粒界Laves相Fe2Nbの効果 | 2008年11月11日 | 東京工業大学 材料工学専攻 倉田桂一、高田尚記、松尾 孝、竹山雅夫 | Cr |
| 91 | 2008 MRS Fall Meeting Materials Research Society | Grain-boundary Precipitation Strengthening in Creep of Fe-20Cr-30Ni-2Nb Steel Strengthened by Intermetallic Phases | 2008年12月1~5日 | 東工大 倉田桂一、高田 尚記、松尾 孝、竹山雅夫 | Cr |
| 92 | 2008 MRS Fall Meeting Materials Research Society | Transmission Electron Microscopy of Fe2Nb Laves Phase with C14 structure in Fe-Nb-Ni Alloys | 2008年12月1~5日 | 東工大 高田尚記、松尾 孝、竹山雅夫 | Cr |
| 93 | Asia Steel 2009 Korean Institute of Metals and Materials | Hot Deformation Behaviors of Austenite Region in Medium Carbon Steel | 2009年5月24~27日 | 大阪大学 水口 隆、山下 将嗣、寺田 大将、辻 伸泰 | F |
| 94 | Asia Steel 2009 Korean Institute of Metals and Materials | Interphase boundary precipitation of VC accompanying ferrite and pearlite transformation in medium carbon steels | 2009年5月24~27日 | 東北大学 宮本吾郎、堀 亮太、Behrang Poorganji、古原 忠 | F |
| 94 | Asia Steel 2009 Korean Institute of Metals and Materials | Interphase boundary precipitation of VC accompanying ferrite and pearlite transformation in medium carbon steels | 2009年5月24~27日 | 東北大学 宮本吾郎、堀 亮太、Behrang Poorganji、古原 忠 | F |
| 95 | Asia Steel 2009 Korean Institute of Metals and Materials | Formation of Ultra Fine Ferrite Grain with Spheroidized Cementite Particles by Warm Deformation of Medium Carbon Steel | 2009年5月24~27日 | JFEスチール 長谷和邦 大阪大学 辻 伸泰 | F |
| 95 | 日本鉄鋼協会2009年春季講演大会 | 中・高炭素鋼における粒径・組織と降伏応力の関係(第2報) | 2009年3月28日 | 物質・材料研究機構 花村年裕 鳥塚史郎 | F |
| 96 | 日本鉄鋼協会2009年春季講演大会 | 「Ni基耐熱合金のミクロ組織と機械的性質への影響」 | 2008年3月28-30日 | 住友金属工業(株) 浜口友彰 | Cr |
| 97 | 日本鉄鋼協会2009年春季講演大会 | 「Ni基耐熱合金中 γ/γ' 整合析出強化の基礎的検討」 | 2008年3月28-30日 | 住友金属工業(株) 米村光治 | Cr |
| 98 | 日本鉄鋼協会2009年春季講演大会 | 「Ni基耐熱合金のクリープ変形挙動および破断強度におよぼす析出強化相の影響」 | 2008年3月28-30日 | 住友金属工業(株) 仙波潤之 | Cr |
| 99 | 平成20年度両支部合同冬季講演大会 日本鉄鋼協会北海道支部 | SP試験法による低放射化フェライト鋼溶接継手局所領域のクリープ特性評価 | 2008年1月22-23日 | 室蘭工業大学 材料物性工学科 加藤太一朗、駒崎慎一 | Cr |
| 100 | 第144回春季講演大会 主催者:日本金属学会 | Fe2Nb Laves相(C14)のNiの固溶に伴う欠陥構造の変化 | 2009年3月28-30日 | 東京工業大学 材料工学専攻 高田尚記、石川茂浩、松尾孝、竹山雅夫 | Cr |

| | | | | | |
|-----|--|--|---------------|---|----|
| 101 | 第144回春季講演大会 主催者:日本金属学会 | Rietveld法によるFe2Nb Laves相(C14)の微細構造解析 | 2009年3月28-30日 | 東京工業大学 材料工学専攻 石川茂浩, 高田尚記, 松尾孝, 竹山雅夫 | Cr |
| 102 | 第144回春季講演大会 主催者:日本金属学会 | Gr.91鋼の転位密度回復に及ぼす応力効果とクリープ強度 | 2009年3月28-30日 | 名古屋大学 斎藤良裕, 竹田広太郎, 村田純教, 森永正彦 | Cr |
| 103 | 第157回春季講演大会 (社)日本鉄鋼協会 | 9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb(P92)鋼のAc1温度近傍における相変態挙動 | 2009年3月28-30日 | 九州工業大学 徳永辰也 | Cr |
| 104 | 第157回春季講演大会 (社)日本鉄鋼協会 | ラスマルテンサイトのクリープ変形に伴う結晶学的組織変化 | 2009年3月28-30日 | 九州大学 大学院 光原 昌寿 | Cr |
| 105 | 第157回春季講演大会 (社)日本鉄鋼協会 | Effect of prior austenite grain size and precipitates behavior on the creep property of HAZ simulated Gr92 steel | 2009年3月28-30日 | 物質・材料研究機構 Y. Liu, 阿部富士雄 | Cr |
| 106 | 平成21年度春季全国大会 (社)溶接学会 | 高強度鋼レーザ溶接金属におよぼす化学成分の影響 | 2009年4月22-24日 | JFEスチール(株) 角博幸, 大井健次, 小 野守章, 安田功一 | W |
| 107 | 第157回春季講演大会 (社)日本鉄鋼協会 | 低温昇温脱離法による各種トラップサイトからの水素脱離スペクトル解析 | 2009年3月28-30日 | 上智大学 佐藤勇太, 藤田圭, 鈴木啓史, 高井健一, 萩原行人, JFEスチール(株) 石川信行 | H |
| 108 | LMPシンポジウム2009 | NEDOプロジェクト「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発」にお けるレーザ溶接の取り組み | 2009年2月10日 | (株)IHI 中西保正, JFEスチール(株) 安 田功一 | W |
| 109 | 鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発 第1回シンポジウム | 中高炭素鋼のパーライト中のVC析出制御による高強度化・傾斜機能化技術 の開発 | 2009年 4月14日 | 株式会社住友金属小倉 大藤善弘 | F |
| 110 | 日本鉄鋼協会九州支部 講演討論会 (社)日本鉄鋼 協会 | NEDO/先端的制御鍛造技術の開発における、中高炭素鋼パーライト中の VC析出制御による高強度化・傾斜機能化技術の開発 | 2009年 3月19日 | 株式会社住友金属小倉 大藤善弘 | F |
| 111 | 日本学術振興会 耐熱金属材料第123委員会研究会 主催者:(独)日本学術振興会 | 結晶方位変化に着目したラスマルテンサイトのクリープ劣化挙動解析 | 2009年3月2-3日 | 九州大学 大学院 光原 昌寿 | Cr |
| 112 | 第157回春季講演大会学生ポスターセッション | 鍛造用中炭素鋼の組織と硬さに及ぼすバナジウム添加の影響 | 2009年 3月29日 | 豊橋技術科学大学 井上智行 | F |
| 113 | 第157回春季講演大会学生ポスターセッション | 鍛造用中炭素鋼の降伏強度に対するバナジウム添加の影響 | 2009年 3月29日 | 豊橋技術科学大学 上月 渉平 | F |
| 114 | 日本材料学会 第58期通常総会・学術講演会 | 高Crフェライト系耐熱鋼溶接継手熱影響部の局所クリープ特性 | 2009年 3月29日 | 室蘭工業大学 伊藤稯慧 | Cr |

(3)新聞・雑誌等への掲載

| No. | 発表新聞・雑誌先 | 発表題目 | 年月日 | 発表者 | SG名 |
|-----|----------|--|------------|-----------------|------|
| 1 | 産業新聞 | 「NEDO研究開発始動 溶接・鍛造技術革新へ」 | 2007年6月4日 | JRCM 鉄鋼材料研究部 | |
| 2 | 鉄鋼新聞 | 「鉄鋼材料の高強度化 国家研究がスタート（利用技術を重点開発）」 | 2007年7月6日 | JRCM 鉄鋼材料研究部 | |
| 3 | JRCMニュース | 「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発プロジェクト」 | 平成19年12月 | JRCM 鉄鋼材料研究部 | |
| 4 | 鉄鋼新聞 | 「無酸素でアーク溶接」世界初、実験室レベルで成功 | 2008年3月27日 | JRCM 鉄鋼材料研究部 | |
| 5 | JRCMニュース | 「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発プロジェクト」溶接SGの活動報告 | 2008年5月1日 | 溶接SG | W |
| 6 | JRCMニュース | 「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発プロジェクト」高温クリープSGの活動報告 (700℃級高効率火力発電適用を目指した耐熱材料および強度予測技術の開発) | 2008年7月1日 | 高温クリープSG | C |
| 7 | JRCMニュース | 「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発プロジェクト」水素脆化SGの狙いと取り組み | 2008年9月1日 | 水素脆化SG | E |
| 8 | JRCMニュース | 「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発プロジェクト」における先端的制御鍛造技術開発SGの活動 | 2008年11月1日 | 制御鍛造SG | F |
| 9 | 日刊産業新聞 | 第1回シンポジウム 「溶接・鍛造の技術案件 コスト減1500億円」 | 2009年4月15日 | JRCM 鉄鋼材料研究部 | |
| 10 | 鉄鋼新聞 | 第1回シンポジウム 「産学の国家プロジェクト 高級厚板の溶接技術開発中間目標達成にめど」 | 2009年4月15日 | JRCM 鉄鋼材料研究部 | |
| 11 | JRCMニュース | 第1回「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発プロジェクト」シンポジウム開催報告 | 2009年5月1日 | JRCM 鉄鋼材料研究部 | |
| 12 | 鉄鋼新聞 | 「鉄鋼材料の革新的高強度化 進む国家プロジェクト」 | 2009年4月23日 | JRCM 鉄鋼材料研究部 | |
| 13 | 溶接ニュース | 「NEDO 純アルゴンミグ実用化へ」 | 2009年4月21日 | 溶接SG | 溶接SG |

(4)特許

| No. | 出願手続会社 | 国内 外国 | 名 称 | 発明者(出願人) | 出 願 | NEDO提出 | 公 開 | 登録No. | 権利化 | 備考 |
|-----|-------------|----------|-------------------|--------------------|--|-------------|-----|-------|-----|----|
| 1 | (株)神戸製鋼所 | | 熱間鍛造用素材ピレットの加熱方法 | (株)神戸製鋼所 柿本 英樹 | 19PK6549 特願2007-300777 平成19年11月20日 | 2008年1月16日 | | | | |
| 2 | (株)神戸製鋼所 | | 溶接用ソリッドワイヤ | (株)神戸製鋼所 武田 裕之 | 19PK6558 特願2007-262452 2007. 10. 5 | 2007年11月21日 | | | | |
| 3 | (株)神戸製鋼所 | | 溶接用ソリッドワイヤ | (株)神戸製鋼所 武田 裕之 | 19PK6559 特願2007-262453 2007. 10. 5 | 2007年11月21日 | | | | |
| 4 | (株)住金小倉 | 国内 | 高強度鋼製粗形品およびその製造方法 | 株式会社住友金属小倉 | 特願2008-188149 2008年7月22日 | 2008年8月7日 | | | | |
| 5 | (株)神戸製鋼所 | 国内 | 高強度非調質熱間鍛造部品の製造方法 | (株)神戸製鋼所 村上俊夫 | 特願2008-222496 2008年8月29日 | 2008年9月18日 | | | | |
| 6 | (株)神戸製鋼所 | 国内 | 丸棒の冷却方法 | (株)神戸製鋼所 柿本英樹 | 特願2008-228362 2008年9月5日 | 2008年9月18日 | | | | |
| 7 | (株)神戸製鋼所 | 国内 | 丸棒用冷却装置 | (株)神戸製鋼所 柿本英樹 | 特願2008-228363 2008年9月5日 | 2008年9月18日 | | | | |
| 8 | 大同特殊鋼株式会社 | 国内 | 高強度非調質鍛造部品の製造方法 | 大同特殊鋼株式会社 吉田 広明 | 出願番号:P2008- 238657 2008年9月17日 | 2008年11月06日 | | | | |
| 9 | JFEスチール株式会社 | 国内 | 高強度高靱性熱間鍛造品の製造方法 | 長谷和邦、岩本隆、木村秀途 | 2009年3月26日 | 2009年4月20日 | | | | |
| 10 | (株)住金小倉 | 国内 | 高強度鋼製粗形品の製造方法 | 大藤 善弘 | 特願2009-88792 2009/4/1 | 平成21年4月20日 | | | | |

(5)受賞

(1)文部科学大臣表彰 科学技術賞(研究部門)

阪大接合科学研究所 小溝教授 (2009. 4. 14表彰)

(6) 成果普及の努力(プレス発表、展示会出展等)

「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発プロジェクト」第1回シンポジウム実施報告

1. 日時：平成21年4月14日（火曜日）10：00－17：00、15日（水曜日）10：00－17：00
2. 場所：東京工業大学 大岡山キャンパス 百年記念館、国際交流会館多目的ホール、西8号 1001大会議室
3. 参加者：鉄鋼業界、自動車業界、重工メーカー、大学・協会より約320人、プロジェクト関係者80名、計400名の参加申し込み。

（2日間で、延べ600名の参加者）

4. 質疑・応答内容

<溶接技術SG>

（参加者数）4/14(火)PM 聴衆者 90名、 4/15(水)AM 聴衆者 80名、 PM 聴衆者 80名

（概要）

溶接技術SGでは、実用化の出口を鮮明にするために、企業研究者のマネージによる「レーザ適用拡大実用化」、「革新的HT980鋼用溶接材料開発実用化」、「革新的9Ni低温用鋼用溶接材料開発実用化」の3タスクフォース体制で進めている。今回のセッションはこれらのタスクフォースを中心とした合計24件の報告となったが、会場はほぼ満席状態であり当該技術開発分野への期待と関心の高さが反映された。

報告には3件の基調講演（「780Nmm²級鋼による新構造システム建築物の開発」<新日本製鐵（株）志村様>、「特殊鋼のガスシールドアーク溶接における海外の現状」<（株）ダイヘン 上山様>、「構造用鉄鋼材料の高強度化と溶接性」<（国）東京大学 小関教授>）を含み、外部有識者の声を聞く形となった。

高強度鋼材の実用は溶接を伴わない接合へのアプローチが進む分野もあることや、デジタル制御を駆使した革新的な溶接プロセス開発が地道に世界規模で進行しており、PJのクリーンMIGとそれらとの融合への期待も大きいなど、高強度鋼材に実用における溶接技術の問題点や課題が提起されると同時に将来展望も議論された。単なる国プロ報告会に止まらず、実施者と各界先端技術者との意見交換が行われ、極めて実りの多いシンポジウムとなった。

<高温クリープSG>

（参加者数）4/14(火)PM 聴衆者 76名、4/15(水)AM 聴衆者 63名、 PM 聴衆者 61名

(概要)

プロジェクトの2年間の中間成果報告を行った。また電力プラントサイドの視点から、電源開発(株) 早川様より「石炭高効率発電の重要性とA-USCへの期待」、(財)電力中央研究所 渡辺様より「A-USCプラントか初と将来動向」およびバブコック日立(株) 佐藤様より「A-USCボイラーの実現を支える材料と加工技術」の基調講演をいただいた。

石炭焚き発電における次世代超々臨界圧プラント(A-USC)への適用を目指す「高温クリープ性能に優れた新材料」、「クリープ損傷状況の新高精度評価法および新その場測定技術」、および「クリープ強度高精度予測プラットフォーム」に関する研究成果と今後の課題について、出席者より多くの質問・意見があり、活発な議論が交わされ、今後の方向性を考える上で大いに参考になった。また、本SGで開発された革新的組織計測手法を用いた成果に対する高い評価と、活用についての詳細な討議がなされた。特に、今回基調講演をいただいたバブコック日立(株) 佐藤様より「2日間の研究内容の詳細の聴取と、質疑に参加させていただき、よく分かりました。我々にとって非常に興味あるすばらしい研究もあり、今後が楽しみです。次回もぜひ聴講させていただこうと思います。」等、鋼材ユーザーサイドの出席者より高い評価と大きな期待のコメントがあり、A-USCの開発・実用化に向けて、本プロジェクトが大きく注目されていることを実感できた。

<水素脆化SG>

(参加者数) 4/14(火)PM 聴衆者 90名

(概要)

本セッションでは、トヨタ自動車(株)パワートレイン材料技術部金属材料室の森室長に「自動車材料における水素脆化の重要性、今後に期待すること」と題して基調講演をお願いし、高強度化に伴なう、実用上の観点からの材料開発の方向性について述べていただいた。これに引き続き、各テーマ担当者から順次成果発表を行った。金属材料における水素という、根源的問題の解決に資する研究領域であり、会場には常に90名近い参加者が集まり、この分野の第一人者の先生や各企業の第一線の研究者からは水素の問題をどう取り扱っていくべきか、という基本問題にも触れた議論が活発に行われた。

議論においては、炭化物と比べてTiCがなぜ検討対象として意義あるのか、TiC中での水素拡散はなぜ遅いのか、炭素の影響、例えば転位や粒界に炭素が存在した場合の水素トラップについて検討すべきではないか、トラップサイトが水素源として働く場合があるのでは、水素脆化とHELP機構との関係はどうなっているか、といった水素脆性の根本問題に関する議論や、擬へき開破壊から粒界破壊への遷移がシミュレ

ートできるか、といった将来の開発の方向性に関する意見も出された。

これらの議論を通じ、本SGで取り組んでいる実験及び解析手法の先進性と有効性の認識が確認され、今後の成果に大きな期待が寄せられていることがわかった。

<内部起点疲労>

(参加者数) 4/14(火)PM 聴衆者 40名

(概要)

本セッションでは、元玉川大学の似内教授より「非金属介在物が影響する転動疲労研究の難しさと重要性～JAST・EIBSの活動を通して～」につき基調講演をいただいた。転動疲労寿命を決める非金属介在物との関係についてはまだ明らかになっておらず、今後の研究に託されているのが実情。その視点で、本SGで開発された3次元介在物観察技術及びき裂生成現象の詳細観察データおよび磁束密度測定を通じたき裂伝播計測法については、非常に高く評価され、多くの注目を浴びた。また、き裂生成・伝播機構の研究については、「実験的に十分な精度でデータが得られているが、さらに解析・理屈付けも必要である。」というコメントを長崎大学の勝田先生よりいただいた。

転動疲労時の介在物周囲に生じる応力は、軟質介在物の方が硬質介在物より高くなる点はモデル上理解されるが、硬質介在物の方が寿命に対して有害であるという実状もある等、今後の研究に参考になる多くのご指摘や助言をいただいた。

<制御鍛造SG>

(参加者数) 4/15(火)AM 聴衆者 70名、PM 聴衆者 60名

(概要)

本セッションでは日産自動車(株)藤川様より「自動車の高強度化・軽量化の現状と課題」につき基調講演をいただいた。

研究成果については、VC析出制御機構について質疑が集中し、高強度化に伴う靱性の低下対応、研究目標としての降伏強度1000MPaに物理的意味、高強度化による鋼材の薄肉化を実現するための剛性の確保について質疑が行われた。これらの課題については本SGでも検討は継続しており、今後の研究に反映できると考えられる。また、バーチャルラボモデル研究については、プロジェクト後のモデルの高精度化推進体制等についての議論が交わされた。