

平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業
(平成21年度補正予算事業)

「フェライト系ステンレス鋳鋼の高機能化に係る技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成22年6月

委託者 東北経済産業局

委託先 財団法人山形県産業技術振興機構

目次

第1章 研究開発の概要

- 1 － 1 研究開発の背景・研究目的及び目標
- 1 － 2 研究体制
- 1 － 3 成果概要
- 1 － 4 当該プロジェクト連絡窓口

第2章 本論 鑄造組織の微細化

- 2 － 1 基礎技術開発
- 2 － 2 効果の検証

第3章 高温特性の向上

第4章 靱性・延性の向上

- 4 － 1 熱処理による引張強さ及び延性の向上
- 4 － 2 組織微細化による引張強さ及び延性の向上
- 4 － 3 延性脆性遷移温度の評価

第5章 耐食性の向上

- 5 － 1 鋭敏化抑制元素の究明
- 5 － 2 溶接による鋭敏化現象発現の検討
- 5 － 3 固溶炭素量の分析

第6章 量産試験

第7章 全体総括

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

日本のものづくり産業の国際競争力強化及び新たな事業の創出を図るために、ものづくりの基盤を支える鑄造技術の重要性が掲げられており、鑄造材料の高度化が求められている。自動車（特に乗用車）用鑄造部材では、排ガスの高温化に対応するため、耐熱性の高い鑄鋼製部材への切り替えが進められている。その中でも、薄肉軽量化を図るため、ロストワックス鑄造によるフェライト系ステンレス鋼 SUS430 の需要が増加している。しかし、鑄鋼品としての製造法が未だ確立されておらず、川下産業のニーズ（耐熱性、靱性・延性、耐食性等）に十分に対応し切れていないのが実状である。

このような背景から、本研究では、自動車用フェライト系ステンレス鑄鋼部材の耐熱性向上等、川下産業の鑄鋼部材に係る多様なニーズに応えるため、本研究開発グループが有する鑄造組織の微細化により、鑄造組織を「より細かく、より丸く、より均一に」にし、合金元素の偏析を軽減を図る。これによって、耐熱性、靱性・延性及び耐食性の向上を低コストで実現することを目的とする。

本研究では、ロストワックス鑄造によるフェライト系ステンレス鋼 SUS430 鑄鋼部材について、下記特性の高度化を目指す。

- ①耐熱性に優れた自動車用 SUS430 ロストワックス鑄鋼部材
- ②靱性や延性に優れた自動車用 SUS430 ロストワックス鑄鋼部材
- ③耐食性に優れた自動車用 SUS430 ロストワックス鑄鋼部材

前述の目標を達成するためのサブテーマは、以下のとおりである。

①鑄造組織の微細化

①-1 基礎技術開発

従来鑄造材の数十 mm の粒径に対し、粒径 10mm 以下の粒状晶（等軸晶）の生成を目指す。

①-2 効果の検証

組織微細化が認められたものについて、Cr の偏析の軽減状態を EPMA を利用して半定量的に分析を行い、検証する。

②高温特性の向上

SUS430 鍛錬材と同等の耐酸化性を目指す。

鑄造組織微細化が、高温特性に及ぼす効果を検証するため、組織微細化及び Cr 含有量と高温諸性（酸化特性、引張特性、疲労特性）との関係を明らかにする。

③靱性・延性の向上

③-1 熱処理による引張強さ及び延性の向上

SUS430 ロストワックス鑄鋼材の焼戻し温度、冷却速度等の熱処理条件と機械的特性の関係を明らかにし、引張強さ（340MPa 以上）及び延性（伸び 22 % 以上）の向上を図るための最適熱処理条件を確立する。

③-2 組織微細化による引張強さ及び延性の向上

①-1 の成果を基に、鑄放しでの引張強さ及び延性の向上に対する組織微細化効果を検証する。さらに、熱処理の併用による引張強さ及び延性の改善効果について検討する。目標は熱処理材と同等の引張強さ 340MPa 以上、伸び 22%以上とする。

③-3 延性脆性遷移温度の評価

延性脆性遷移温度が室温以下となる条件を見いだす。

④耐食性の向上

④－１ 鋭敏化抑制元素の究明

ステンレス材では、Cr 炭化物の周囲に Cr 濃度の少ない領域（鋭敏化領域）が形成され、耐食性を劣化することがある。鋭敏化現象の原因となる固溶炭素を Cr 以外の元素の炭化物として固定し、母材内に微細に分散させ、固溶炭素を低減させる元素を究明する。その鋭敏化抑制元素として、凝固温度及び加熱温度における炭化物生成標準自由エネルギーから、4 元素を選択し、添加実験を行う。

④－２ 溶接による鋭敏化現象発現の検討

鋳鋼部品は他の部材と溶接接合されることが多いため、鋭敏化現象に対する溶接の熱影響について検討する。特に④－１で改善する耐食性に対する溶接の熱影響を評価する。

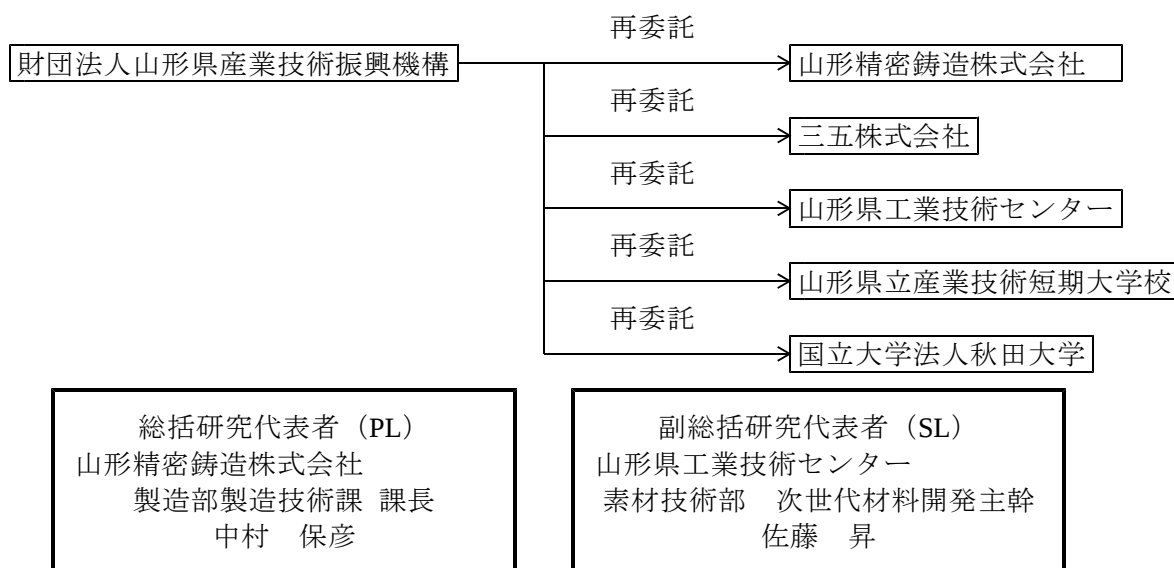
④－３ 固溶炭素量の分析

炭素は、Cr と化合して鋭敏化現象の原因となる固溶炭素とすでに炭化物を形成して無害な炭化物炭素とに分けられる。有害性のある固溶炭素量を精確に分析する方法を検討し、その分析技術を確立する。

⑤量産試験

原材料の購入・配合・溶解順序、溶解条件、溶湯処理、注湯後の冷却条件、鑄造方案、成分管理、仕上げ工程、品質管理等について量産化に向けた管理手法を検討する。特に本研究期間では、微量元素の迅速分析技術、内部欠陥及び表面欠陥の検出技術を確立する。

1－２ 研究体制



1－３ 成果概要

①鑄造組織の微細化

①－１ 基礎技術開発

鑄造組織微細化元素として、C 及び B が有効であることを明らかにした。粒径 10mm 以下の粒状晶の生成を達成した。

①－２ 効果の検証

鑄造組織内部の偏析より鑄造組織ごとの偏析が大きいことが明らかになった。しかし、組織を微細化することにより、組織ごとに Cr 量の違いはあるものの、マクロ的には偏析が軽減

されることが分かった。

②高温特性の向上

鑄造組織微細化材において SUS430 鍛錬材とほぼ同等の耐酸化性を示した。

従来材及び組織微細化材の高温引張特性及び高温疲労特性を明らかにすることができた。

③靱性・延性の向上

③－１ 熱処理による引張強さ及び延性の向上

従来材の最適熱処理条件を明らかにし、引張強さ 340MPa 以上、伸び 22%以上を達成した。
延性の向上を図るための最適熱処理条件を確立した。

③－２ 組織微細化による引張強さ及び延性の向上

鑄造組織を微細化しただけでは、鑄放しでの引張強さ及び延性の改善には結びつかない。
微細化材においても延性を向上させるには、熱処理が必須である。最適熱処理条件は従来材と同等である。この熱処理条件により、引張強さ 340MPa 以上、伸び 22%以上を達成した。

③－３ 延性脆性遷移温度の評価

延性脆性遷移温度が室温以下となる条件を見いだした。

④耐食性の向上

④－１ 鋭敏化抑制元素の究明

鋭敏化抑制元素として、凝固温度及び加熱温度における炭化物生成標準自由エネルギーから、4 元素を選択し、添加実験を行った。その結果、鋭敏化現象の原因となる固溶炭素を Cr 以外の元素の炭化物として固定し、母材内に微細に分散させ、固溶炭素を低減させる元素を究明した。

④－２ 溶接による鋭敏化現象発現の検討

鑄鋼部品は他の部材と溶接接合されることが多いため、鋭敏化現象に対する溶接の熱影響について検討した。④－１で改善する耐食性に対する溶接の熱影響を評価した。

④－３ 固溶炭素量の分析

炭素は、Cr と化合して鋭敏化現象の原因となる固溶炭素とすでに炭化物を形成して無害な炭化物炭素とに分けられる。有害性のある固溶炭素量を精確に分析する方法を検討し、その分析技術を確立した。

⑤量産試験

原材料の購入・配合・溶解順序、溶解条件、溶湯処理、注湯後の冷却条件、鑄造方案、成分管理、仕上げ工程、品質管理等について量産試験を行い、作業標準を整備する。特に本研究期間では、微量元素の迅速分析技術、内部欠陥及び表面欠陥の検出技術を確立した。

1 － 4 当該プロジェクト連絡窓口

財団法人山形県産業技術振興機構プロジェクト推進課

〒990-2473 山形県山形市松栄二丁目2番1号山形県高度技術研究開発センター内

電話番号： 0 2 3 － 6 4 7 － 3 1 6 3

FAX 番号： 0 2 3 － 6 4 7 － 3 1 3 9

E-mail：pro-yamagata@ypoint.jp

第2章 本論 鑄造組織の微細化

2 - 1 基礎技術開発

[研究目的]

フェライト系ステンレス材では、オーステナイト単相領域がない。そのため、通常の焼ならしを行ったとしても、温度によりフェライトとオーステナイトの比率が少し変わるだけで、粗大化したフェライトを解消することは不可能である。したがって、フェライト系ステンレス鑄鋼では、組織を微細化しようとするならば、鑄造組織そのものを微細化する必要がある。

本研究開発グループは、溶湯処理による鑄鋼・鑄鉄の結晶粒微細化に関するシーズ技術を有している。それらの技術を応用し、溶湯処理（酸化物生成元素の添加）による鑄造組織微細化を試みた。合金元素を添加するさいの溶湯温度及び凝固温度における酸化物生成標準自由エネルギーから、4種類の元素（A、B、C、及びDと記す）を選択し、これら元素の最適な添加方法及び添加量について検討するため添加実験を行った。また、添加後の経時変化について検証した。微細化組織として、粒径 10mm 以下の粒状晶（等軸晶）の生成を目指した。

[実験方法]

先ず、鑄造組織微細化に有効な元素を探索する添加実験を行い、次に添加後の経時変化について検証した。微細化効果の確認は、3点曲げ試験片の破面観察及び断面マクロ組織観察で行った。鑄造組織微細化のための溶湯処理と脱酸処理の関係についても、脱酸剤を変え検討した。

[実験結果]

2 - 1 - 1 鑄造組織微細化に有効な元素の探索

SUS430 溶解素材 100kg の溶解量に対し、選択した元素を含む化合物を各々 500g 添加した。添加方法は、溶湯が 1750 ℃に達した後、注湯用の取鍋に溶解炉から約 50kg 出湯し、そこに添加剤を投入、さらに残湯をすべて出湯した。その後、ノックオフ試験片に注湯した。ノックオフ試験片はφ25mm の丸棒である。この丸棒について3点曲げ試験を行い、その破面観察及びマクロ試験により微細化状態を確認した。

図 2-1-1-1 に曲げ試験片の破面及び図 2-1-1-2 に組織微細化元素添加材のマクロ組織を示す。

ノックオフ試験片では、注湯後の急冷により鑄造組織を微細化できることが分かった。しかし、製品の注湯作業においては、注湯後は保温冷却を行うために実作業で急冷するのは不可能である。3点曲げ試験片の破面及び断面マクロ組織より、Cに明らかな微細化効果が認められる。BにもCほどではないが、微細化効果は確認できる。C及びBにより微細化された組織の粒径は 10mm 以下と

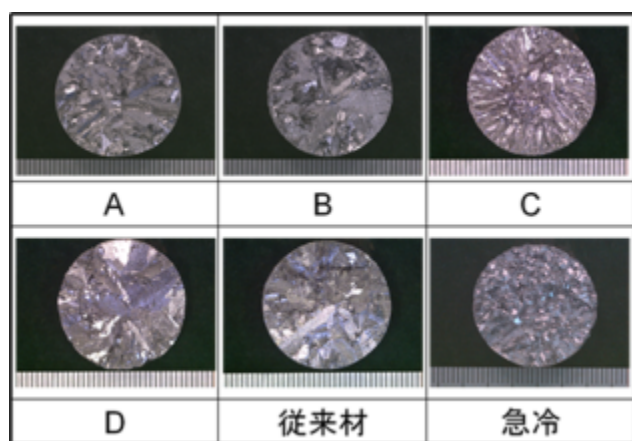


図 2-1-1-1 曲げ試験片の破面

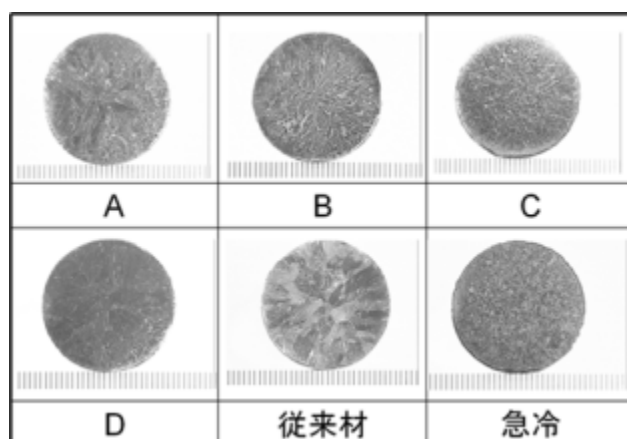


図 2-1-1-2 組織微細化元素添加材のマクロ組織

なることが分かった。本研究開発では、Aには効果無し、Dは粗大傾向になると判断した。

次に、微細化効果が確認できたC、Bの2元素について微細化効果の径時変化を確認することにした。溶解炉の容量は約 100kg 前後であるが、製品の注湯作業では取鍋に出湯後、注湯完了までの時間は約 3 分であった。これより、微細化効果持続時間は 3 分あれば十分と考えた。そこで、取鍋に出湯完了から 3 分後の微細化効果を確認することにした。

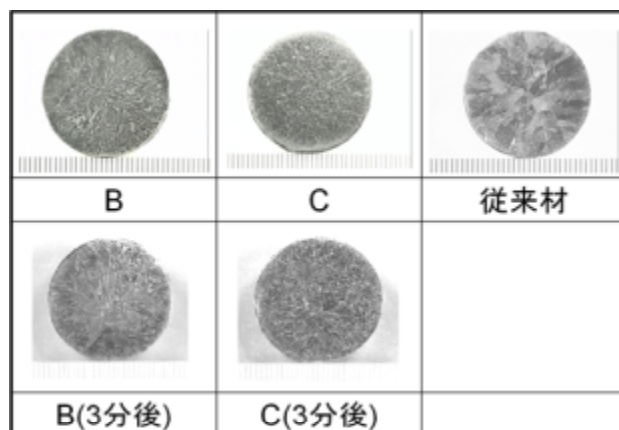


図 2-1-1-3 添加直後及び添加 3 分後のマクロ組織

図 2-1-1-3 に添加直後及び 添加 3 分後のマクロ

組織を示す。いずれの元素も 3 分後の注湯でも結晶粒の大きさはさほど変化しない。このことから、効果は持続していると考えられる。

2-1-2 微細化実験 I

微細化効果が確認できたC及びBについて、両元素の複合添加実験を行った。また、純鉄とクロムにより母材の炭素量を 1/2 希釈（炭素 1/2 と記す）したときの微細化効果について検討を行った。希釈による炭素量低減は、後述する鋭敏化抑制のための対策でもある。微細化剤の添加方法については、微細化元素探索実験と同様にした。溶湯の脱酸剤として、取鍋中でのカルシウム系化合物による脱酸を試みた。添加量は 300g 一定とした。注湯はロックオフ試験片（φ 25mm 丸棒）に行った。鑄放し材の 3 点曲げ試験を行った。その後、曲げ試験片の破面観察、鑄放し材及び熱処理材のマクロ及びミクロ組織観察を行った。

図 2-1-2-1 にC、B及び複合添加材の破面を示す。C及びCとBの複合添加には微細化効果が明確に確認できる。しかし、複合添加や炭素 1/2 希釈材ではその効果は若干薄れると考えられる。本添加実験では、B添加に明確な効果は確認されなかった。

2-1-3 微細化実験 II

微細化実験 I では脱酸を考慮し、より脱酸効果があるカルシウム系脱酸剤を使用した。その反応は爆発的で、実際の生産工程で使用するには危険性を伴うことが分かってきた。生産工程では円滑かつ危険性を回避することも重要と思われる。

そこで、通常使用している穏やかな反応のシリコン系脱酸剤を使用し、微細化効果が得られるための微細化実験を行うことにした。

微細化元素添加方法は、先の実験結果を踏まえ、B添加するときのみ溶解炉内添加とした。他は微細化実験 I と同様の方法である。シリコン系脱酸剤は 700g 一定量とし、注湯用取鍋で行った。注湯は、ロックオフ試験片及び製品鑄型に行った。ロックオフ試験片は、サブテーマ 4-2 用試験片とした。製品鑄型に注湯した製品については、テーマ 5 の X 線検査及び磁粉探傷用の試験片として検査を行い、微細化材鑄造品の鑄造欠陥等の確認を行った。これにより微細材の鑄造性を検証した。

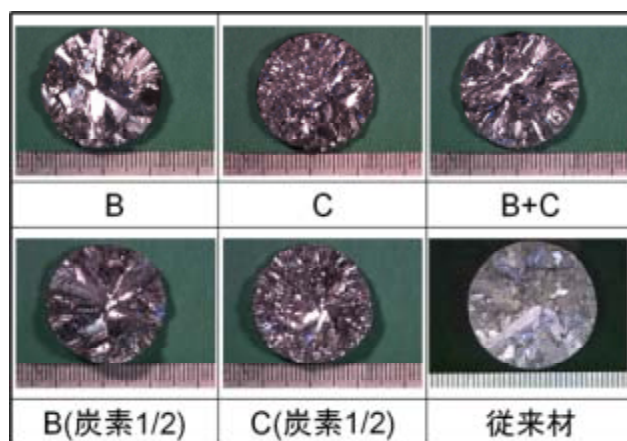


図 2-1-2-1 C、B及び複合添加材の破面

2 - 2 効果の検証

[研究目的]

組織微細化効果が認められた元素を添加した鑄造材について、Cr をはじめ主な成分の偏析状態を X線マイクロアナライザー（EPMA）を利用して半定量的に検証する。

[実験方法]

従来材及び組織微細化効果が認められた B 添加材について、EPMA を利用して広範囲及び局所範囲の面分析を行った。EPMA は(株)島津製作所製電子線マイクロアナライザ EPMA-1610 を使用した。

[実験結果]

図 2-2-1 に従来材及び B 添加材の広範囲：2mm × 2mm 領域の組成像（BEI、COMPO）、炭素及び Cr の面分析結果を示す。BEI 組成像の中でコントラストが高く針状を示す部分はマルテンサイトである。マルテンサイトあるいはフェライトでは、炭素及び Cr の面分析でコントラストが逆転する。炭素はマルテンサイトに、Cr はフェライトにより多く存在することが分かる。Cr の面分析でフェライト中のコントラスト変化がほとんどない。著しい偏析は無いものと考えられる。これらの分析結果は、組織内部での偏析より組織ごとの元素の偏りが大きいと理解した方が適切と思われる。鑄造組織を微細化することにより、マルテンサイトとフェライトの存在比は同じでも、マクロ的には均一組織により近づくと考えられる。

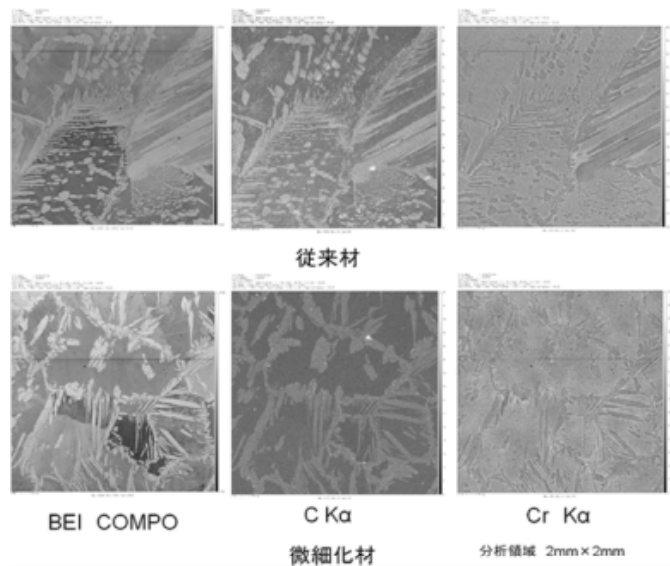


図 2-2-1 従来材及びB添加材の面分析結果

第3章 高温特性の向上

[研究目的]

鑄造組織微細化が、高温特性に及ぼす効果を検証するため、組織微細化及び Cr 含有量と高温諸性（酸化特性、引張特性、疲労特性）との関係を明らかにする。

3 - 1 高温酸化特性

[実験方法]

サブテーマ 2 - 1 の結果を基に種々の微細元素添加化材を作製し、供試材とした。作製した供試材の試料名を表 3-1-1 に示す。高温酸化の目標材を SUS430 鍛錬材とした。試験片は、□ 7mm、厚さ 1mm の角板に φ 1mm の吊下げ用の穴を空けたものである。試験片表面は、サンドペーパー # 1000 で全面研磨した。

表 3-1-1 酸化試験用供試材

試料名	供試材
従来材	SUS430 鑄造材 従来品
鍛錬材	SUS430 鍛錬材
C	C 添加材
C (炭素 1/2)	C (炭素 1/2) 添加材
B + C 複合添加	B + C 複合添加材
B 炭素 (1/2)	B (炭素 1/2) 添加材
B	B 添加材
16Cr	16%Cr-SUS430 鑄造材
18Cr	18%Cr-sus430 鑄造材

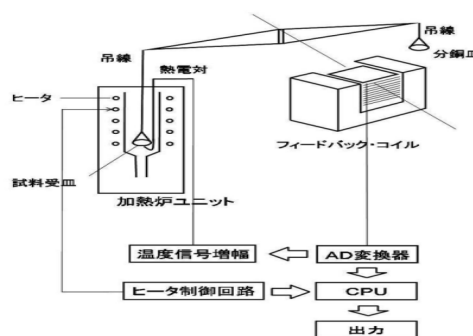
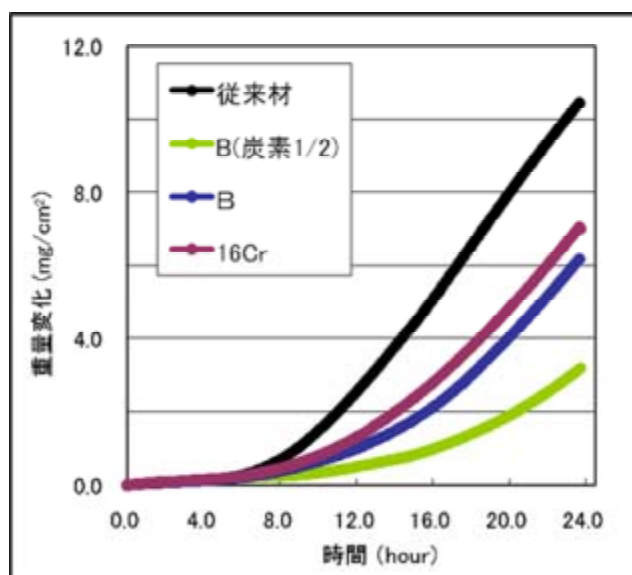
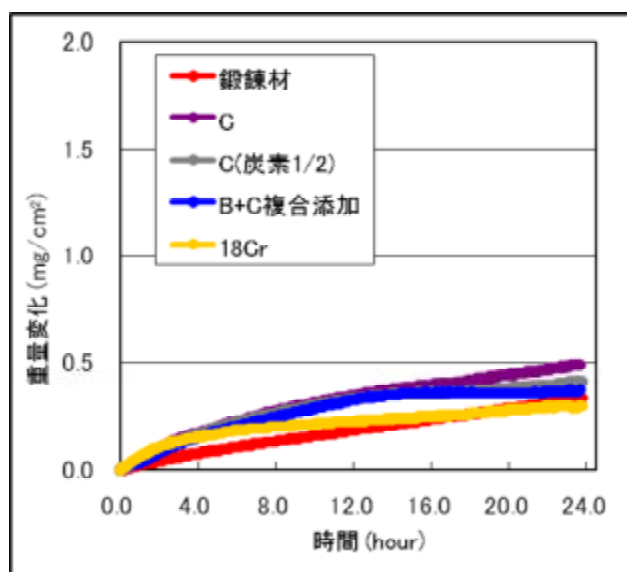


図 3-1-1 酸化試験装置の構成

高温酸化試験に用いた装置は、(株)島津製作所製熱重量測定装置 (TGA-50/50H) である。図 3-1-1 に酸化試験装置の構成を示す。温度測定範囲が室温から 1500 °C までの高温型、最大試料重量が 1 g、測定レンジが ± 20mg、± 200mg 及びオートレンジ機能付きで、測定精度が各レンジの ± 1 % の仕様のものである。測定条件は、アルゴン（不活性ガス）と酸素（反応ガス）が 1 : 1 の混合雰囲気中において、800 °C で 18 時間及び 900 °C で 24 時間保持したときの重量変化を測定した。白金吊線に試料を取付けアルゴンで 30 分間置換した後、5 °C/min で昇温させ測定温度に到達させた。その後、酸素の流入を開始した。アルゴン、酸素ともに流量は 50ml/min である。

[実験結果]

900 °C で 24 時間保持の高温酸化試験において重量変化が大きかったものを図 3-1-2、重量変化が小さかったものを図 3-1-3 に示す。横軸は酸素導入開始からの時間である。図 3-1-2 において従来材が 10.2mg/cm²と重量変化が最も大きく、B (炭素 1/2) 添加材が 3.0mg/cm²、B 添加材が 6.2mg/cm²で 16Cr の 7.1mg/cm²と同程度である。また、全体的に放物線則に従わず、反応開始から約 6 時間経過してから急激に反応する。この傾向は、溶融アルミニウムにおける重量変化の変化にも報告されている。潜伏期間に伴って、酸化物が変態することで容積収縮が生じ、酸化膜の保護性に影響を与えること

図 3-1-2 保持時間と重量変化の関係
(変化量大)図 3-1-3 保持時間と重量変化の関係
(変化量小)

で起きるとされている。(文献：アルミニウム合金 津村善重著 金属通信社 pp. 68-72)

図 3-1-3 に示される試料においては、重量変化が $0.5\text{mg}/\text{cm}^2$ 以下と非常に小さいので耐高温酸化特性は良好である。また、 800°C における 18 時間保持の高温酸化試験では、全ての試料において $0.5\text{mg}/\text{cm}^2$ 以下の重量変化であり、耐高温酸化特性が良好であることを確認した。

3-2 高温引張特性

[実験方法]

供試材は、従来材、16Cr、18Cr 及び B (炭素 1/2) 添加材 4 種類である。溶解炉で溶製し、ノックオフ形試験片 ($\phi 25\text{mm}$ 丸棒) に注湯した。作製した試験片には 800°C の焼戻しを行った。その後、機械加工により高温引張試験 II 形試験片 (JIS Z 2201) を作製した。試験温度は、 $600 \sim 950^\circ\text{C}$ とした。所定の温度に到達してから 15min 保持した後、引張試験を行った。試験速度は 0.2%耐力が十分に判定可能となるよう、標点の変位量 0.5mm までを $0.3\%/ \text{min}$ 、その後は $8.0\%/ \text{min}$ のひずみ速度で試験を行った。

[実験結果]

3-2-1 高温における温度と 0.2%耐力の関係

温度と 0.2%耐力の関係を図 3-2-1-1 に示す。 $600 \sim 700^\circ\text{C}$ の間に 0.2%耐力は大きく低下するが、 700°C 以上では穏やかに低下する。 950°C では、いずれの材料もほぼ同等の 0.2%耐力値に収束する。なお、B 添加材は全温度領域で他の供試材と同様の变化を示すが、他の供試材よりも低い値である。

3-2-2 高温引張強さ

供試材の温度と引張強さの関係を図 3-2-2-1 に示す。温度と引張強さの関係は、おおむね先に示した温度と 0.2 %耐力との関係と同様である。B (炭素 1/2) 添加材が他の供試材より低い値で推移する。

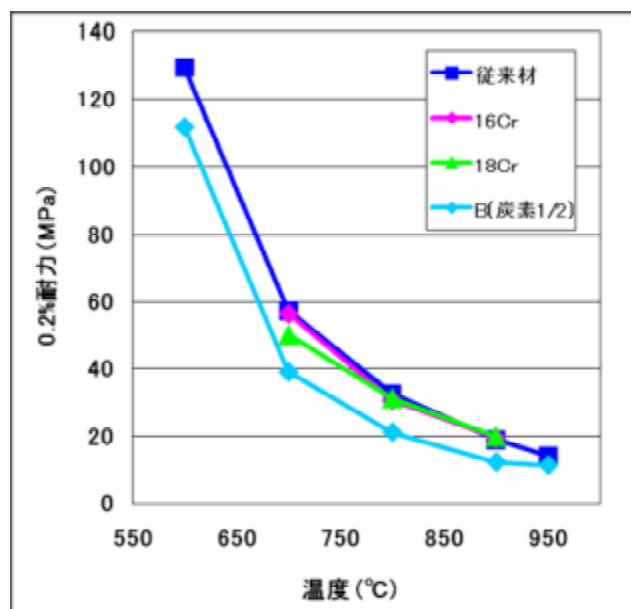


図 3-2-1-1 温度と 0.2%耐力の関係

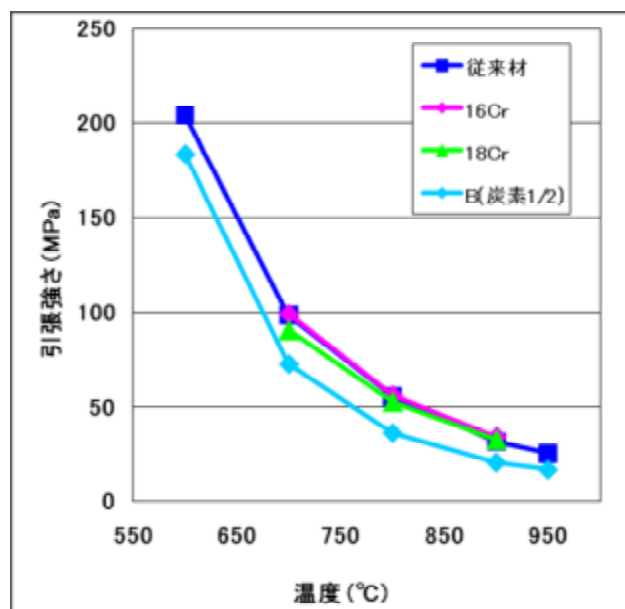


図 3-2-2-1 温度と引張強さの関係

3-3 高温疲労特性

[実験方法]

試験片は、従来材及び B (炭素 1/2) 添加材の二種類である。疲労試験片は、直径 25mm の丸棒から NC 旋盤を用いて平行部が $\phi 10 \times 5\text{mm}$ になるように加工した。疲労試験は油圧フルデジタル油

圧サーボ試験機（サーボパルサ EG-100kN：（株）島津製作所製）を使用し、引張圧縮様式、荷重比 $R=-1$ 、繰返し速度 15Hz の試験条件で行った。試験温度は、600℃とした。試験後は、疲労破断した試験片の破面観察を行った。

〔実験結果〕

図 3-3-1 に従来材及び B（炭素 1/2）添加材の 600℃での疲労試験結果を示す。高応力振幅域（140MPa 以上）では、両材料間の疲労寿命の大きな差は認められないが、疲労限度は B（炭素 1/2）添加材（110MPa）と比較して、従来材（120MPa）の方がわずかに高くなった。600℃での引張強さは従来材の方が上回っており、その分疲労強度が上昇したものである。疲労限度比（疲労限度/引張強さ）は両材料とも 0.44 と同値となった。

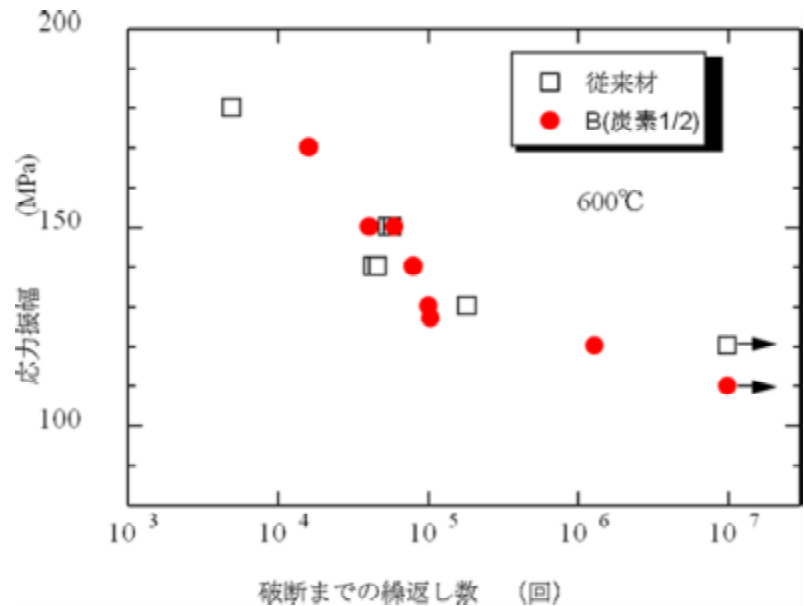


図 3-3-1 疲労試験結果（600℃）

疲労試験により破断した従来材試験片のマクロ写真を図 3-3-2 に示す。疲労試験後の試験片は荷重方向に対して傾斜して破断しており、起伏に富む破面であることが分かる。このような破面は応力振幅が異なるほとんどの試験片で認められ、B（炭素 1/2）添加材でも同様であった。この破面の様相から、すべり面を分離するような疲労き裂が複数の面から進展し、その後合体したものと思われる。



図 3-3-2 従来材破面マクロ写真

第 4 章 靱性・延性の向上

4-1 熱処理による引張強さ及び延性の向上

〔研究目的〕

熱処理による引張強さ及び延性改善の可能性を予備実験により見出している。SUS430 ロストワックス鑄造材の焼戻し温度、冷却速度等の熱処理条件と機械的特性の関係を明らかにし、引張強さ（340MPa 以上）及び延性（伸び 22%以上）の向上を図るための最適熱処理条件を確立する。

〔実験方法〕

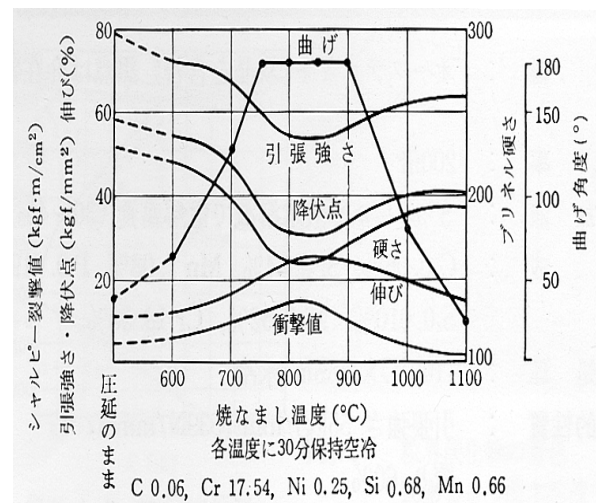
試験片はノックオフ試験片（φ 25mm 丸棒）とし、焼戻し温度を 600、700、800、850 及び 900℃とした。保持時間は 1 時間である。加熱保持後の冷却は、空冷及び炉冷とした。熱処理後、機械加工により引張試験片（JIS Z2201 10 号試験片）を作製した。引張試験は、500kN 油圧式万能試験機で行った。

〔実験結果〕

4-1-1 熱処理温度の決定

SUS430 に相当する鑄造材は JIS にはなく、その熱処理や機械的特性は不明な点が多い。そこで、

鑄造材の延性向上のための熱処理を検討するにあたっては、鍛錬材の熱処理を参考とすることにした。図 4-1-1-1 に鍛錬材の焼なまし温度と機械的特性の関係を示す。図から、800 °C 付近で最も軟化し、引張強さは若干低下するが、衝撃値及び曲げ角度は最大値となる。900 °C 以上になると引張強さ、硬さはやや回復する傾向を示すが、衝撃値、伸び及び曲げ角度が低下することが分かる。これは、加熱時に一部がオーステナイトに変態したことや組織の粗大化に起因すると考えられる。800 °C 付近での焼なましは、引張強さ及び降伏点は若干下がるが、機械的特性としてはバランスのとれた熱処理と言える。靱性から考え、鍛錬材の最適な焼なまし温度範囲は 750 ～ 900 °C と考えられる。加熱保持後の冷却は、オーステナイト変態を起こさない温度からの冷却なので空冷でも炉冷でも機械的特性には影響を及ぼさないと思われる。



鍛錬材では焼なましにより、引張強さ、硬さは若干落ちるが衝撃値、曲げ角度が改善され靱性が向上することや SUS430 鑄造材は凝固組織ではあるが、図 4-1-1-1 鍛錬材の焼なまし温度と機械的特性の関係基本的には組織の構成は一緒であることから、鍛錬材と同様な熱処理を行えば機械的特性が改善されることが考えられる。そこで、熱処理温度は、鍛錬材の最適焼なまし温度範囲 750 ～ 900 °C より少し広くし、600 ～ 900 °C とすることにした。ここで、鑄造組織では鑄造後の冷却過程でマルテンサイトが生成していることから、本研究では鑄造組織の熱処理を「焼なまし」ではなく「焼戻し」と呼ぶこととする。

4-1-2 SUS430 鑄造材の熱処理条件と機械的特性の関係

熱処理条件による引張強さの結果を図 4-1-2-1、伸びの結果を図 4-1-2-2 に示す。引張強さの値は、試験片 3 本の平均値である。引張強さは熱処理によりいずれも向上し、600、700 °C 焼戻しでは 500MPa を超える。これ以上の焼戻し温度では、約 450MPa まで徐々に低下する。加熱保持後の冷却方法には、有意差は無いと考えられる。伸びは、600 °C 及び 900 °C では、10 % 前後と十分とは言えず、靱性が不足している。700 ～ 850 °C の焼戻し温度では、伸び 26 % 以上が得られている。伸びにおいて

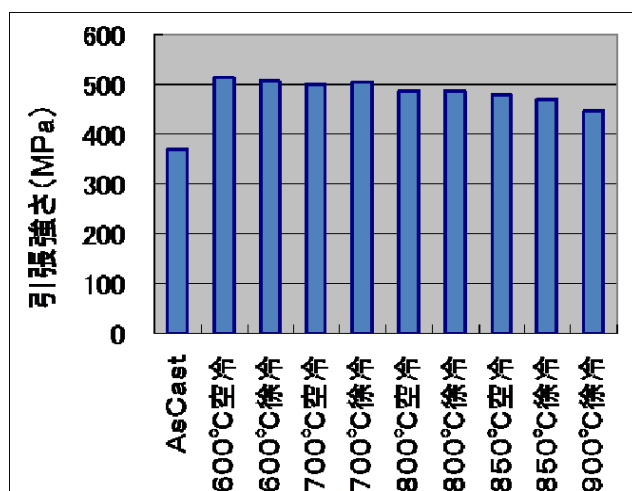


図 4-1-2-1 焼戻し温度と引張強さの関係

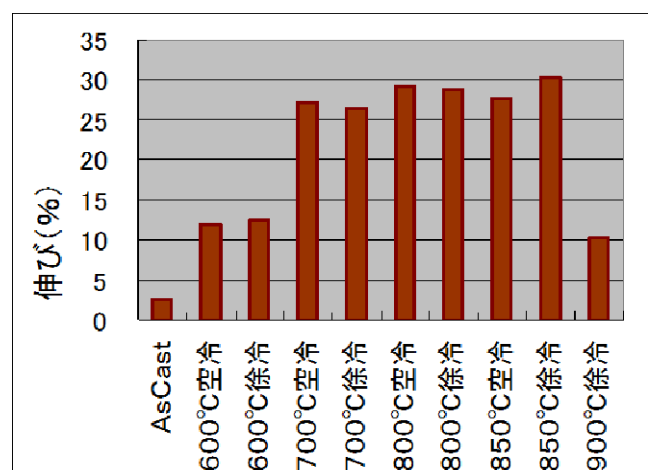


図 4-1-2-2 焼戻し温度と伸びの関係

も加熱保持後の冷却方法は、有意差は無いと考えられる。700 ～ 850 ℃温度範囲では、引張強さ 450MPa 以上を得ており、目標とした引張強さ 340MPa 以上、伸び 22 %以上を達成した。SUS430 鋳造材の最適焼戻し温度は、700 ～ 850 ℃であることが分かった。この温度範囲は鍛錬材の最適焼なまし温度範囲より 50 ℃ほど低い。加熱保持後の冷却方法による機械的特性の有意差は無いと考えられる。作業効率から考えて、空冷を選択するのが良いと考えられる。

4－2 組織微細化による引張強さ及び延性の向上

[研究目的]

サブテーマ 2－1 の結果を基に、鋳放しでの引張強さ及び延性の向上に対する組織微細化効果を検証する。さらに、熱処理の併用による引張強さ及び延性の改善効果について検討する。引張強さ 340MPa 以上、伸び 22%以上を目指す。

[実験方法]

供試材は、B（炭素 1/2）、C（炭素 1/2）、D（炭素 1/2）、C+B（炭素 1/2）及びC+D（炭素 1/2）添加材の 5 種類とし、試験片はノックオフ試験片（φ 25mm 丸棒）である。焼戻し温度は、サブテーマ 4－1 で明らかにした温度範囲（700 ～ 850 ℃）を含む 600 ℃、700 ℃、800 ℃及び 900 ℃とした。保持時間は 1 時間である。加熱保持後の冷却は、空冷とした。熱処理後、機械加工により引張試験片（JISZ2201 10 号試験片）を作製した。引張試験は、500kN 油圧式万能試験機で行った。

[実験結果]

図 4-2-1 に B（炭素 1/2）添加材の焼戻し温度と引張強さ、図 4-2-2 に焼戻し温度と伸びの関係を示す。鋳放し材の引張強さは、目標値に少し足りなかった。伸びに関しては全く及ばなかった。また、表 4-2-1 に微細化効果を確認するために添加実験を行ったその他の鋳造材の機械的特性を示す。いずれの添加材においても、鋳放し状態では伸びが目標値に及ばなかった。この結果から、微細化材においても、延性の改善に熱処理が必要と考えられる。

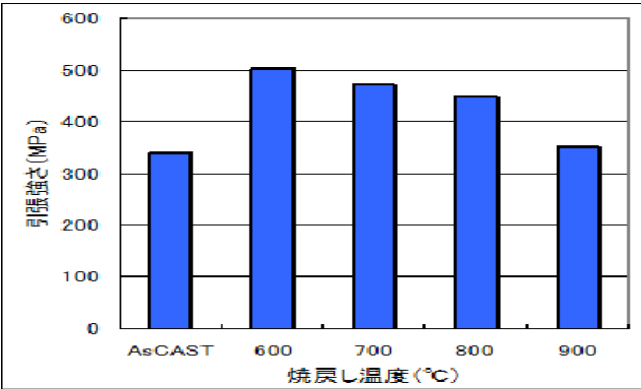


図 4-2-1 焼戻し温度と引張強さの関係

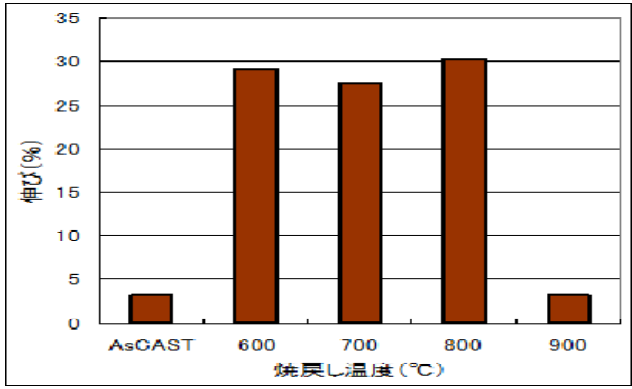


図 4-2-2 焼戻し温度と伸びの関係

表 4-2-1 添加元素と機械的特性

焼戻し温度 (°C)	C (炭素 1/2)		D (炭素 1/2)		C+B (炭素 1/2)		C+D (炭素 1/2C)	
	引張強さ (MPa)	伸び (%)	引張強さ (MPa)	伸び (%)	引張強さ (MPa)	伸び (%)	引張強さ (MPa)	伸び (%)
AsCast	3 3 6	2	3 0 4	1	3 2 6	2	1 8 3	3
6 0 0	4 6 1	7	2 6 7	2	3 6 0	4	2 6 7	3
7 0 0	4 6 3	6	3 0 9	5	4 1 8	1 6	2 4 6	3
8 0 0	4 0 3	6	2 7 7	5	4 2 9	1 9	1 7 3	3
9 0 0	3 9 2	4	2 7 9	2	3 1 5	3	2 5 3	3

CとBの複合添加では、700、800℃焼戻しを行うことで延性は改善される傾向にあるが、目標値には達しなかった。Dに関しては、本研究開発では微細化、延性改善のいずれにも効果が得られなかった。この中で、熱処理は必須であるが、シリコン系脱酸剤でも安定して延性を改善する添加元素はBである。B（炭素 1/2）添加材は 600～800℃の焼戻しにより、延性が大幅に改善された。引張強さ 470MPa、伸び 28 %と双方とも目標値を達成した。延性が改善される熱処理温度範囲は 600～800℃で、SUS430 鋳造材従来材の範囲より低温側で 100℃、高温側で 50℃ほど低い温度である。

4－3 延性脆性遷移温度の評価

[研究目的]

SUS430 ロストワックス鋳鋼材の延性脆性遷移温度を把握する。また、Cr 含有量及び組織微細化と延性脆性遷移温度との関係を明らかにする。これにより、延性脆性遷移温度が室温以下となる条件を見いだす。

[実験方法]

SUS430 鋳造材は本研究の中の基準材料であるが、JIS 規格に比べて、炭素量を大幅に低減しているのが特徴である。この基準材料を基に次のような試料を実験に供した。なお、以下の説明ではそれぞれを記号で表示する。

- (1)従来材：SUS430 基準材
- (2)従来材-800：SUS430 基準材を 800℃焼戻し処理
- (3)16Cr-800：SUS430 JIS 規格の Cr 下限値を狙った材料を 800℃焼戻し処理
- (4)18Cr-800：SUS430 JIS 規格の Cr 上限値を狙った材料を 800℃焼戻し処理
- (5)B（炭素 1/2）：SUS430 基準材の炭素半分に希釈かつ B を添加した材料
- (6)B（炭素 1/2）-800：SUS430 基準材の炭素半分に希釈かつ B を添加した材料を 800℃焼戻し処理

表 4-3-1 には SUS430 鍛錬材の機械的性質の JIS 規格を示す。衝撃値は規定されていないが、注文者がシャルピー衝撃試験を指定する場合は、JISZ2242 の 2mmU ノッチ試験片を用いることとされている。本研究ではこの規定に準じて 2mmU ノッチ試験片を用いた。

表 4-3-1 SUS430 鍛錬材の機械的性質（JIS G 4303）

耐力、MPa	引張強さ、MPa	伸び、%	絞り、%	硬さ、HBW
205<	450<	22<	302	183>

<衝撃試験方法>

表 4-3-2 及び表 4-3-3 に試験条件及び各試料ごとの試験実施温度を示す。シャルピー衝撃試験片は JISZ2242 に規定されている U ノッチ試験片とした。なお、0℃以下の低温試験は、投込みクーラーにより冷却した容器中で試料を所定の温度に 5 分保持後、直ちに取り出して試験を行った。また、40℃以上の試験の場合には、所定の温度に保持した温湯で 10 分以上保持後試験を行った。

表 4-3-2 シャルピー衝撃試験条件

試験機	シャルピー衝撃試験機
容量、J	50
試験温度、℃	－20、0、20、40、60
試験片	2mmU ノッチ（JIS Z 2242）
評価	吸収エネルギー、J

表 4-3-3 衝撃試験を実施した試料と試験温度

供試材	試験温度、℃				
	-20	0	20	40	60
従来材	○	○	○	○	○
従来材-800	○	○	○	○	○
16Cr-800		○	○	○	○
18Cr-800		○	○	○	○
B (炭素 1/2)		○	○	○	○
B (炭素 1/2)-800		○	○	○	○

〔実験結果〕

フェライト系ステンレス鋼は、炭素量が少ない場合でも変態点以上の熱処理で、部分的にオーステナイト化し、急冷によってマルテンサイトとなる。実用的に用いられる SUS430 フェライト系ステンレス鋼の JIS 規格における炭素量は 0.12 % であるため、マルテンサイト化する可能性が高い。したがって、通常の熱処理は変態点以下の温度での焼なましのみで、その目的は加工性向上と結晶粒の調整にある。このようにフェライト系ステンレス鋼に含まれる炭素や窒素は機械的性質や耐食性に対する影響が大きく、いずれの元素も低い方が機械的性質や耐食性が優れるとされている。これは衝撃値についても同様である。したがって、SUS430 フェライト系ステンレス鋼を鋳鋼として製造するためには、炭素量の調整や固定方法が重要な課題となる。

図 4-3-1 及び図 4-3-2 に衝撃試験結果を示す。従来材の吸収エネルギーは、いずれも 10J 以下で温度依存性も見られないが、800℃で焼戻し処理した従来材-800 では 20℃で 20J であったものが 40℃では 109J に増加し、この温度範囲に遷移温度が存在すると考えられる。Cr 量を規格の上限値及び下限値とし、焼戻し処理をした 16Cr-800 及び 18Cr-800 については、従来材より吸収エネルギーが大きく、20℃から 60℃にかけて吸収エネルギーの増加傾向が見られることからこの温度範囲に遷移温度が存在すると考えられる。ただし、高温側における吸収エネルギーが、従来材-800 に比べると小さくなっている。これは Cr 量の影響ではなく、炭素量が従来材の 2 倍であることに起因していると考えられる。つまり炭素量が 0.04mass%C 程度でも吸収エネルギーに対する影響が大きいことを示している。

B を添加し 800℃で焼戻し処理した B (炭素 1/2)-800 は、B (炭素 1/2) に比べて、高温側の吸収エネルギーが 100J 以上に増加し、遷移温度も他の試料の 20℃から 40℃と比較して 20℃付近となり低温側に移動している。

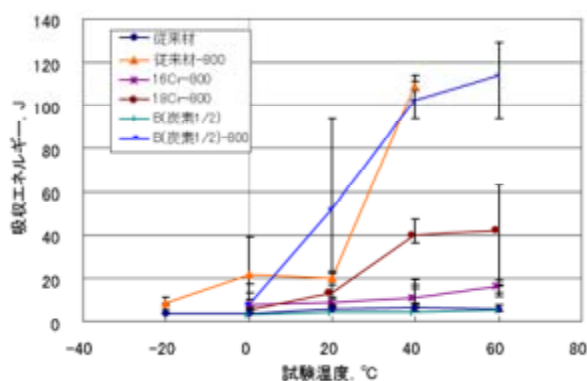


図 4-3-1 衝撃試験結果

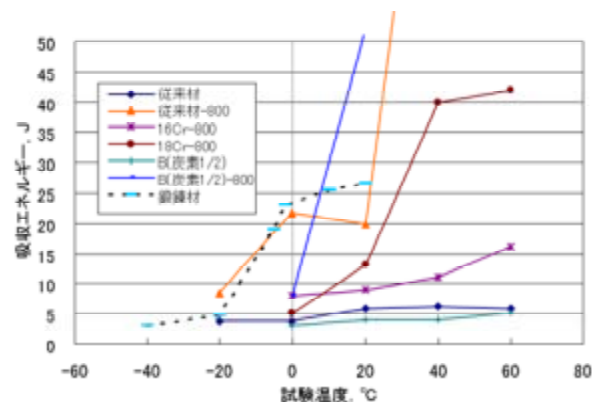


図 4-3-2 衝撃試験結果(吸収エネルギーの平均値を 50J までの範囲)

図 4-3-2 は図 4-3-1 に基づいて、吸収エネルギーの平均値を 50J までの範囲で示した図である。この図において点線で示した SUS430 市販材は文献から引用したステンレス鋼材のデータである。試験条件や結晶粒径が本研究のものとは大きく異なることなどから単純な比較はできないが、この場合の遷移温度は約-10℃で、吸収エネルギーとしては、従来材-800 と同程度となっている。

第5章 耐食性の向上

5-1 鋭敏化抑制元素の究明

[研究目的]

鋭敏化は、Cr 炭化物の周囲に Cr 濃度の少ない領域（鋭敏化領域）が形成され、耐食性を劣化させる現象である。鋭敏化現象の原因となる固溶炭素を Cr 以外の元素の炭化物として固定し、固溶炭素を低減させる元素を究明する。その鋭敏化抑制元素として、凝固温度及び加熱温度における炭化物生成標準自由エネルギーから、4種類の元素（B、C、D及びEと記す）を選択し添加実験を行う。

[実験方法]

鋭敏化抑制元素添加方法は、サブテーマ2-1の結果を基に、Bを一定量を超え添加するときは、溶解炉中に添加することにした。他の3元素に関しては、取鍋添加とすることにした。試験片はノックオフ試験片（φ25mm丸棒）とした。

鋭敏化抑制元素を添加し作製した試験片に鋭敏化が起こるとされる熱処理を行った。熱履歴としては、焼戻しを800℃で1時間行い室温まで空冷後、1100℃に再加熱を行い室温まで空冷した。これらの試験片より厚さ約5mmの試験片を切断し、断面を研磨仕上げした。研磨面をマクロエッチングし鋭敏化抑制元素究明用試験片とした。

鋭敏化抑制効果の評価は、塩水噴霧試験で行った。塩水噴霧試験は複合サイクル試験機（板橋理化工業(株)製 BQ-1）を使用した。試験条件は、5%食塩水、試験温度は装置の仕様限界の50℃とした。目視により錆の発生を確認した。

[実験結果]

図 5-1-1 に鋭敏化が起こると考えられる熱履歴付与試験片の塩水噴霧試験試験開始から5時間後の結果を示す。C、C（炭素1/2）及びE添加材には、錆が認められた。しかし、粒界に沿った筋状の錆ではなく、点状に生じた錆である。C（炭素1/2）添加材では、C添加材と比較し錆が抑制されることが分かった。これより、添加するCの量と炭素量の割合を検討すれば、錆を抑制できる可能性があると考えられる。B及びD添加では、錆の発生は認められなかった。B及びDは耐食性向上に効果があると考えられる。

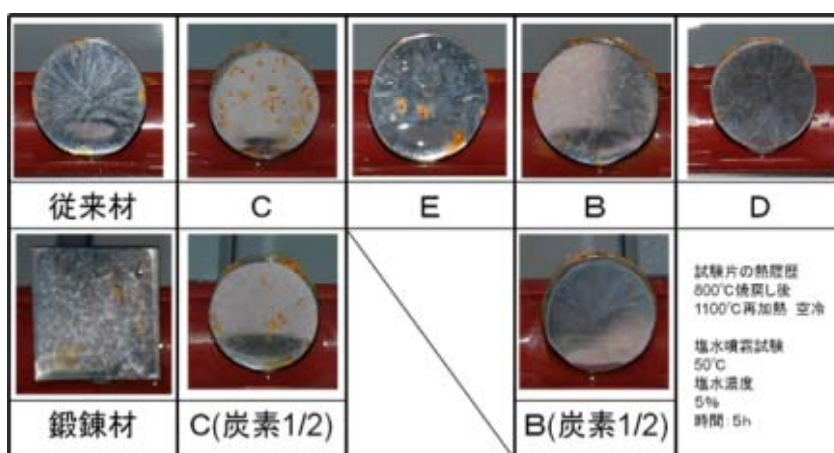


図 5-1-1 鋭敏化抑制元素添加材の塩水噴霧試験結果

図 5-1-2 にC添加材の錆が発生した部分の概観及び一部分拡大した光学顕微鏡写真を示す。結晶粒界から錆が発生しているのが分かる。但し、粒界全体からではなく粒界の一部の点から発生しているようである。

5 - 2 溶接による鋭敏化現象発現の検討

[研究目的]

鋳鋼部品は他の部材と溶接接合されることが多いため、鋭敏化現象に対する溶接の熱影響について検討する。5 - 1 で改善する耐食性に対する溶接の熱影響を評価する。

[実験結果]

供試材は、従来材、C（炭素 1/2）添加材及びB（炭素 1/2）添加材の3種類である。鋭敏化の評価は、エッチング法により行った。

<溶接条件>

接合対象母材：鋼板 SUS425T

溶接方法：MIG

溶接ワイヤ径：φ 1.2

シールドガス：3.5%O₂ + Ar 15L/min

<鋭敏化評価>

エッチング法による粒界腐食評価

判定結果表示 ○：OK 判定 ×：NG 判定

[実験結果及びまとめ]

図 5-2-1 にエッチング法による溶接部の鋭敏化評価結果を示す。SUS430 従来材は、NG 判定。他の2種の供試材はOK判定であった。

5 - 3 固溶炭素量の分析

[研究目的]

サブテーマ5 - 1 では、Cr と化合物を形成する固溶炭素を少なくするために、Cr 以外の元素と炭化物を形成させる元素を添加し、効果を確認した。ここでは、それらの鋭敏化抑制元素の有無による固溶炭素量の変化を定量化し、元素添加の効果を検証するために、分析方法を確立する。

[実験方法]

分析試料は、通常の溶湯に鋭敏化抑制元素としてBを0.25 %添加した鋳造品について、熱処理前（鋳放し品）と熱処理後（熱処理品）の2試料とした。

「JIS G 1211」では、固溶炭素の分析方法として「鉄及び鋼—炭素定量法」が規定されており、内容は全炭素量から遊離炭素量を差し引く方法である。しかし、この方法は遊離炭素として0.3 %含有されている試料を対象としているため、全炭素として0.1 %より含有量の小さいステンレス鋳鋼には適用できない。一方、「JIS G 1258 鉄及び鋼—ICP 発光分光分析法」では、クロム等が塩酸及び硝酸で溶解に不溶な化合物として残存する旨の記載がある。そこで、JIS を参考に、同一の試料から全炭素と化合物炭素を個別に定量し、その差を固溶炭素と見なすことができると考えた。

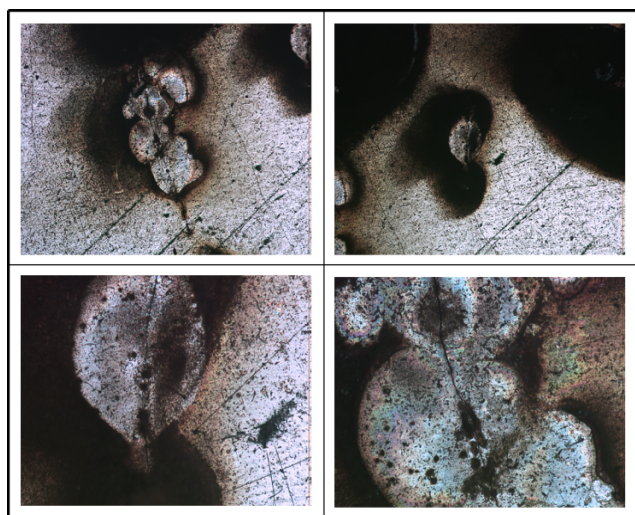


図 5-1-2 錆発生部の概観（上：低倍、下：高倍）

	従来材	C(炭素1/2)	B(炭素1/2)
t2.5			
t4.0 C面 有り			
t4.0 C面 無し			

図 5-2-1 溶接部の鋭敏化評価結果

化合物炭素の定量には、「不溶解物」の分離・回収で、分析装置の感度に十分な量の確保が必要なため、5～7 g と通常の湿式分析の数倍の重量の試料を用いた。

全炭素量及び化合物炭素量の分析には、「JIS G 1211」に規定のある「高周波誘導加熱炉燃焼－赤外線吸収法」に準拠した炭素・硫黄同時分析装置（（株）堀場製作所製 EMIA-920V）を使用した。

〔実験結果〕

表 5-3-1 に、各試料の分析値を示す。熱処理前後で全炭素量はほぼ同じであるが、化合物炭素が大きく変化していることが明らかとなった。

熱処理前は化合物炭素がほとんどなかったのに対し、熱処理品は全炭素に対して 6 割以上が化合物炭素となり、全炭素から化合物炭素を差し引いた「固溶炭素」が、熱処理前後で 6 割以上減少している結果となった。

表 5-3-1 鑄放し品及び熱処理品の形態別炭素量

(mass%)			
熱処理前(鑄放し品)		熱処理後(熱処理品)	
全炭素 0.044	化合物炭素 0.002	全炭素 0.042	化合物炭素 0.026
固溶炭素 0.042		固溶炭素 0.016	

備考：〔固溶炭素〕＝〔全炭素〕－〔化合物炭素〕

第 6 章 量産試験

〔研究目的〕

本研究開発で試作した製品については、開発材料の成分管理及び鑄鋼品の健全性の確認も重要である。微細化元素及び鋭敏化抑制元素に対応するために、既存発光分析装置に分析チャンネルの増設と分析範囲を拡張する改造を行い微量元素の迅速分析技術を確立する。また、鑄鋼品の健全性を確認するため、内部欠陥及び表面欠陥の検出技術を確立する。

〔実験方法〕

現有の発光分析装置では、フェライト系ステンレス材の主成分の分析は可能であるものの、組織の微細化及び鋭敏化させるための特殊な添加元素の分析には対応していなかったため、既存装置に分析チャンネルの増設と測定範囲を拡張する改造を行った。改造後、検量線作成作業と装置の調整を行った。さらに、標準試料により分析精度の確認を行った。

開発材を製品に注湯し、それらの製品について X 線透視装置及び磁粉探傷機による内部・表面欠陥検出を行い、欠陥検出諸条件を明らかにするとともに、鑄鋼品の健全性について検討した。

〔実験結果〕

発光分析装置、X 線透視装置及び磁粉探傷機の分析及び欠陥検出諸条件を検討した結果を以下に示す。

①発光分析

図 6-1 に発光分析装置の外観、表 6-1 に装置概要を示す。既存の装置本体に微細化元素や鋭敏化抑制元素及び窒素に対応可能とする改造を行った。表 6-2 に改造内容を示す。

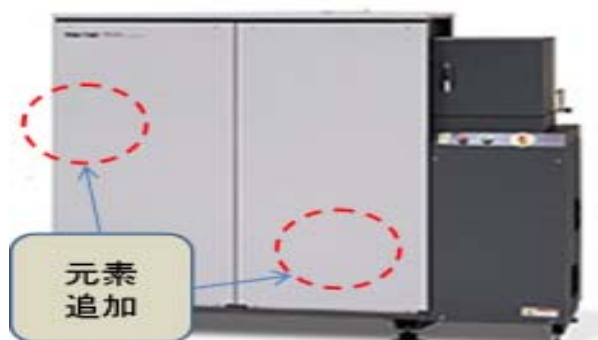


図 6-1 発光分析装置外観

表 6-1 発光分析装置の概要

メーカー名	島津製作所
型 式	PDA-7020
用 途	含有元素の迅速分析、化学成分値の保証。(測光装置、受光部、標準試料の追加)

表 6-2 発光分析改造内容

変更 1	N の分析元素追加 (0.002 % ～ 0.1 % まで)
変更 2	B の分析元素追加 (0.003 % ～ 1.0 % まで)
変更 3	C の測定範囲拡張 (0.3 % → 1.0 % まで)
変更 4	Cu の測定範囲拡張 (0.2 % → 1.0 % まで)

表 6-3 標準試料の分析結果

元 素	標準試料 (%)	分析値 (%)
N	0.112	0.105
C	1.18	1.16
B	0.019 0.14	0.02 0.12
Cu	0.79	0.76

＜分析精度の検証＞

分析元素追加及び測定範囲を拡張する機器の改造後、検量線作成と必要精度が得られるよう機器調整を行った。その後分析精度を検証した。表 6-3 に標準試料の分析結果を示す。分析精度が確保されていることを検証することができた。

② X線透視装置

図 6-2 に X 線透視装置の外観、表 6-4 に装置概要を示す。鋳造品には種々の鋳造欠陥が発生するが、その一つに収縮巣がある。収縮巣は、質量が大きい部分において凝固の遅れが生じ、最終凝固後の収縮によって、巣（穴）が発生するものである。鋳鋼は収縮の度合いが大きいため、製品においての巣の有無については細心の注意を払わなくてはならない。よって、製品開発の初期段階より、巣の確認を十分行い、形状、湯口等の改良を行っていくことが必要である。



図 6-2 X線透視装置外観

表 6-4 X線透視装置の概要

メーカー名	島津製作所
型 式	S M X - 3 5 0 0
用 途	鋳造品に内存する欠陥の解析と評価

収縮巣の例として、製品欠陥部の断面写真を図 6-3 に示す。このように、欠陥を確認する方法としては、製品を破壊して観察する方法があるが、欠陥の全体像の把握が困難である。これに対し、X 線透視装置は、製品を破壊せずに巣の発生部位、大きさを把握することができる。

開発材による試作品の X 線検査例を図 6-4 に示す。矢印で示す部分に欠陥を検出し、その形状や大きさも分かる。内部欠陥を観察するための最適条件を明らかにすることができた。

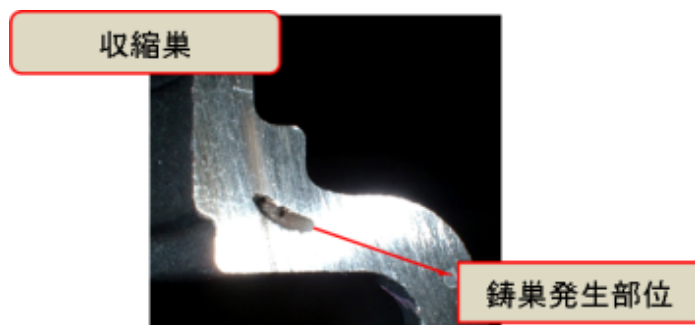


図 6-3 鋳造欠陥例

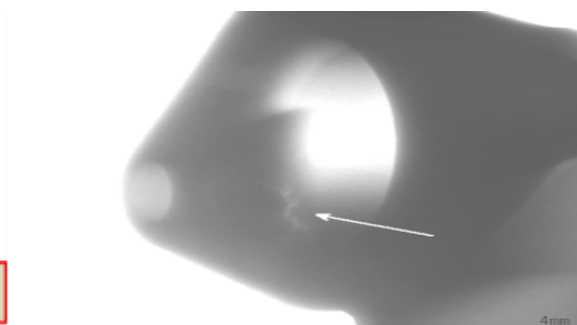


図 6-4 X線検査例

③磁粉探傷機

図 6-5 に磁粉探傷機の外観、表 6-5 に装置概要を示す。鋳造品は先に述べた内部欠陥の他に、金属凝固時の収縮で外部に割れが発生することが知られている。他にも、製品形状、冷却方法、鋳込み後の製品取り扱いなど、様々な要因から割れが発生する。このような割れは内部欠陥同様に鋳鋼品の信頼性を下げるため、割れの箇所を正確に把握する必要がある。また、割れが発生した工程を突き止め、適切な対策を取ることも重要である。そこで、磁粉探傷機による割れの調査を行った。割れの検出例を図 6-6 に示す。図のように微小な割れも明確に検出することができた。従来、検出できなかった割れが、確実に検出できることが分かった。検出能力が格段に向上したと考えられる。高精度な表面の割れ検出技術確立することができた。



図 6-5 磁粉探傷機外観

表 6-5 磁粉探傷機の概要

メーカー名	日本電磁測器(株)
型 式	S C - 5 X S
用 途	鋳造品表面の割れ欠陥の解析、評価



図 6-6 磁粉探傷による割れ検出例

第 7 章 全体総括

本研究開発は、戦略的基盤技術高度化支援事業（平成 21 年度補正事業）に採択され実施するに至った。単年度の限られた期間であったが、①鋳造組織の微細化、②高温特性の向上、③靱性・延性の向上、④耐食性の向上、⑤量産試験の 5 テーマの開発を行った。その成果は次の通りである。

①鋳造組織の微細化

- 1) フェライト系ステンレス鋳鋼の鋳造組織微細化に効果がある元素は、C 及び B の二元素である。C は効果が最も期待できる。
- 2) 鋳造作業性やより効果的な組織微細化を考慮し、最適な添加時期を添加元素により選択する必要がある。

②高温特性の向上

- 1) 鋳造組織微細化により、鍛錬材と同等の高温耐酸化性が得られた。
- 2) 微細化材、SUS430 鋳造材ともに、950℃では 0.2%耐力、引張強さともほぼ同じ値に収束する。
- 3) 微細化材の疲労限度比（疲労限度/引張強さ）は SUS430 鋳造材と同じ値で 0.44 である。

③靱性・延性の向上

- 1) 開発材に十分な延性を付与するためには、熱処理が必須である。
- 2) 微細化材(800℃焼戻し)の機械的特性は、引張強さ 470MPa、伸び 28%と目標の引張強さ 340MPa 以上、伸び 22%以上を達成した。
- 3) 微細化材(800℃焼戻し)の延性脆性遷移温度は 20℃近傍と推察される。

④耐食性の向上

- 1) C及びE添加材には、塩水噴霧試験により錆が発生した。鋭敏化による耐食性劣化の可能性が高い。しかし、添加するCの量と炭素量の割合を検討すれば、錆を抑制できる可能性がある。
- 2) B及びD添加は耐食性を劣化させることはない。
- 3) エッチング法による溶接部の鋭敏化評価では、微細化材はOK判定であった。
- 4) 「固溶炭素」を定量分析する技術を確立した。

⑤量産試験

- 1) 鋳造材の成分管理技術及び鋳造欠陥検出技術を確立した。

以上の成果が得られたが、実用化に向けて課題も明らかとなった。その課題を以下に記す。

1. 微細化剤投入時期と脱酸処理時期の最適化が必要である。
2. 本研究開発では、微細化はCが有利、鋭敏化はBが有利の結果である。用途を考慮し使い分ければ良いという考えもあるが、双方に有利な鋳造組織微細化が実現できると、より実用化に近づく。
3. 微細化材の溶製には、炭素量を一定に保つための成分管理が必要である。

900℃での耐酸化性では鍛錬材と同等の特性を得られていること、その高温強度も従来材と変わらないこと、溶接熱によっても鋭敏化が起きないこと等を考慮すると自動車、二輪車または内燃機関用排気系部材としてかなり有望と考える。本開発材の実用化に向けて、上記三つの課題を解決すべく、事業完了後は補完サポインで研究を継続し、早期に適用部材が提供できるよう努力していく。