

平成23年度戦略的基盤技術高度化支援事業
「ステンレス鋳鋼品の信頼性向上に係る技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成24年3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
1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）	2
1-3 成果概要	5
1-4 当該プロジェクト連絡窓口	6
第2章 本論	
2-1 耐食性の向上に関する技術の開発	
（1） 腐食現象の解析と再現試験による調査	
（1）-1 前処理条件と熱処理条件の検討	7
（1）-2 腐食現象の解析と再現性試験による調査	8
（2） 効果の検証と試作	
（2）-1 耐食性向上のメカニズムの考察	11
（3） 量産技術の開発と特性評価	
（3）-1 改良 SCS13 の防錆機能評価	13
2-2 実体特性の評価に関する技術の開発	
（1） 形状・寸法の違いによる機械的特性の変化の検証	
（1）-1 SCS13 の機械的特性の評価	13
（2） 金属組織形成因子の究明と α/γ 比の定量評価	
（2）-1 SCS11 の標準試験片作製及び特性評価	15
（2）-2 渦電流法によるフェライト率測定装置の開発	17
第3章 総括	19
専門用語等の解説	20

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。特に、ロストワックスステンレス鑄鋼品は、鑄鉄やアルミなどの鑄造材にくらべて様々な面で機能性が高いことから自動車部品へも多数採用され、品質に関する要求も一層高くなっている。

このような背景から、本研究では、自動車部材に対する川下産業の多様なニーズに応えるため、ステンレス鑄鋼品の耐食性の基本的特性を改善し、また、部材実体の機械的特性や金属組織を非破壊で評価する技術を確認し工業材料としての信頼性を向上させることによって、自動車部品等における需要拡大を実現することを目的とした。

ロストワックスステンレス鑄鋼品(ステンレス鑄鋼品)の特性に対する川下製造業者の期待や要求は、ステンレス鋼(鍛錬材)と同等である場合がほとんどである。すなわち、ステンレス鋼鍛錬材と同等の耐食性(錆びないこと)や機械的性質(強度、延性、耐力、硬さ)を要求されることが多い。鑄鋼品の耐食性が鍛錬材に比べて劣っている原因として、何らかの原因で不動態皮膜の均一性が損なわれ、酸素や塩素イオンが侵入しやすくなってしまっているものと推測される。そこで、耐食性劣化の原因を究明し対策を講じることによって、緻密で均一な不動態皮膜を形成させ、ステンレス鑄鋼品鍛錬材と同等の耐食性を付与することを成果目標として研究を行った。

また、ロストワックス鑄鋼品の実体強度や金属組織を適切に評価する方法が JIS に規定されていないため、工業材料としての信頼性が不足している。SCS13 鑄鋼品実体の機械的性質について、本体付き試験片との引張強さが± 10 %程度の精度で把握できる別鑄込み試験片の採取方法の確立を目標とした。さらに、強度と耐食性を兼ね備えた 2 相ステンレス(SCS11)については、品質保証を目的とし、フェライト(α)とオーステナイト(γ)の比率(α/γ 比)がほぼ1であることを把握するために、実体の組織観察をせずに非破壊で金属組織を検査できる方法を確立することを成果目標として研究を行った。

上記の高度化目標を達成するために、それぞれのサブテーマにおいて、以下の目標達成を目指した。

①耐食性の向上

- ・SCS13 に発生する腐食の形態を調査し、緻密な不動態皮膜の生成を妨げている、または均一性を損なわせている原因を究明。
- ・SCS13 において、耐食性劣化の原因への対策を講じた試験片を作製し、JIS-Z2371 による中性塩水噴霧試験において 48 時間以内に赤錆びが発生しないこと(赤錆び発生率 0 %、ただしピittingを除く)。
- ・SCS13 以外の材質(SCS11、SCS14、SUS430、SUS431)においても、同様の対策を講じることで JIS-Z2371 による中性塩水噴霧試験において 48 時間以内に赤錆びが発生しないこと(赤錆び発生率 0 %、ただしピittingを除く)。
- ・耐食性に優れた SCS13 の量産技術を確認し、量産品においても JIS-Z2371 による中性塩水噴霧試験において 48 時間以内に赤錆びが発生しないこと(赤錆び発生率 0 %、ただしピittingを除く)。

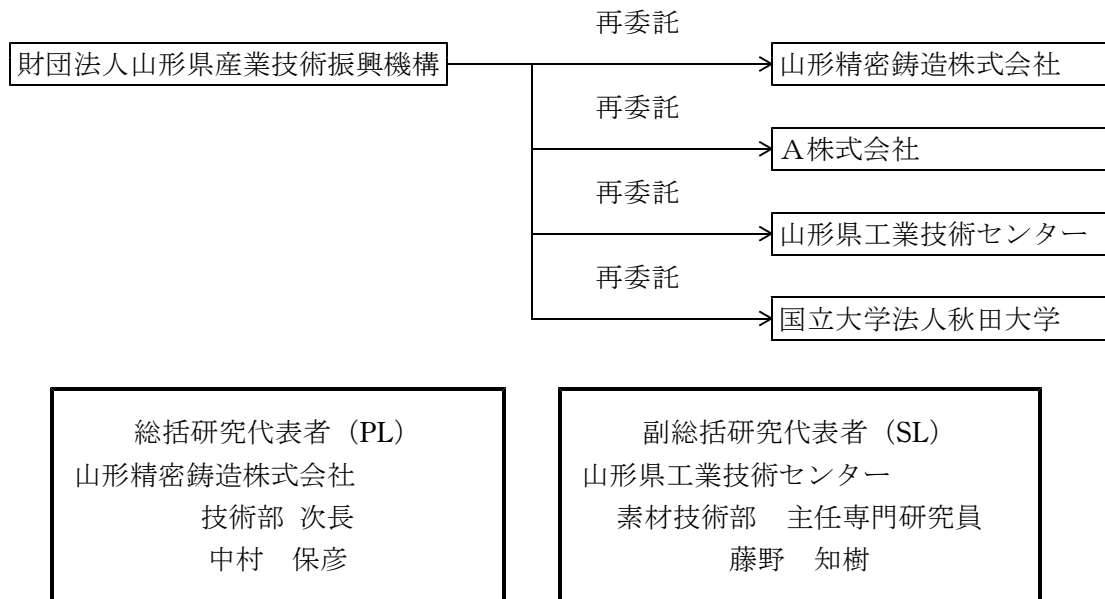
②実体特性の評価

- ・SCS13 において、本体付き試験片との引張強さの差が、± 10 %程度の精度で把握できる別鑄込み試験片の形状や製造条件の確立。
- ・SCS13 以外の材質(SCS11、SCS14、SUS430、SUS431)においても、本体付き試験片との引張強さの差が、± 10 %程度の精度で把握できる別鑄込み試験片の形状や製造条件の確立。
- ・2 相ステンレス鑄鋼(SCS11)において、フェライト(α)とオーステナイト(γ)の比率(α/γ)を反映する物理的性質の探求。

- ・ 前述の物理的性質を応用することで、 α/γ 比を簡易的に、かつ、実測値との差が±3%程度で測定できる技術の確立。
- ・ 前述の測定技術が、量産品実体にも応用可能であることの検証。
- ・ 前述の測定技術の、SCS13への応用。

1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）

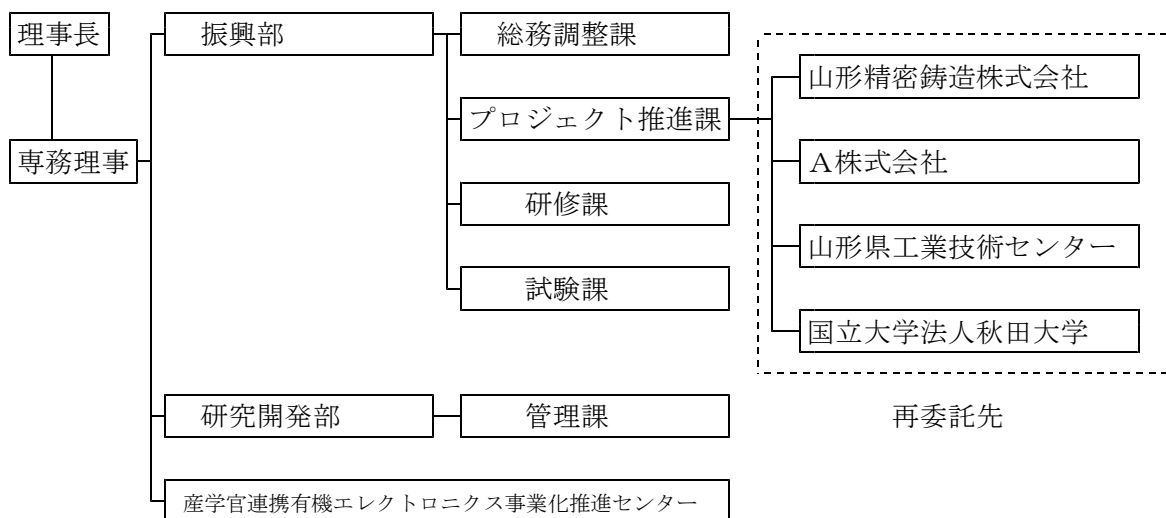
(1) 研究組織（全体）



(2) 管理体制

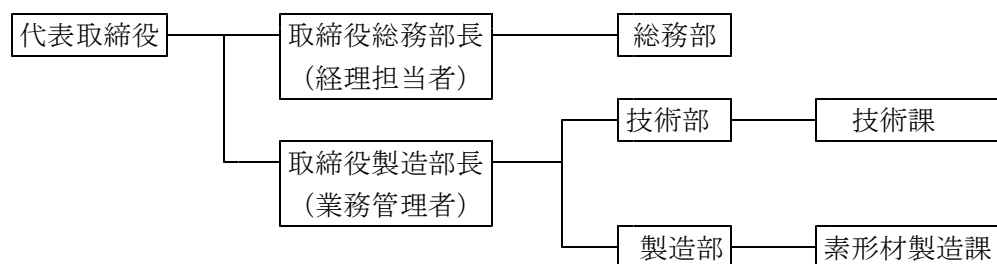
① 事業管理者

財団法人 山形県産業技術振興機構

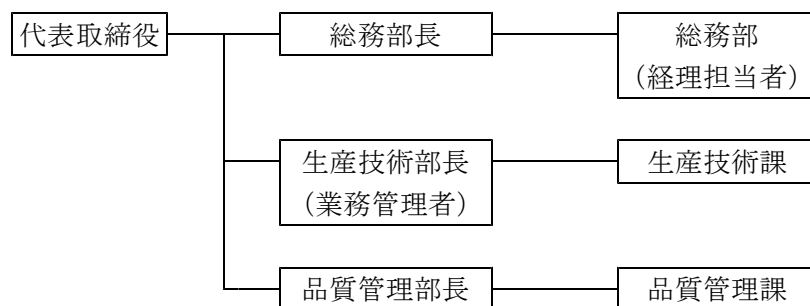


② (再委託先)

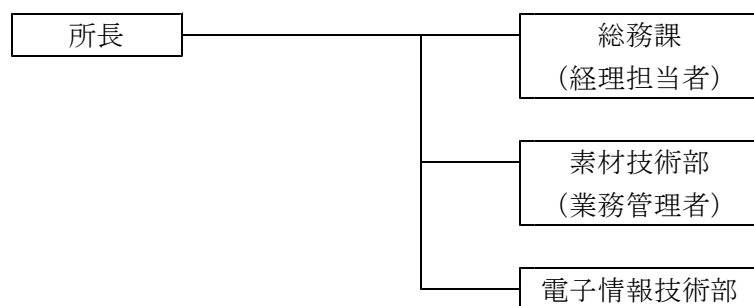
山形精密鑄造株式会社



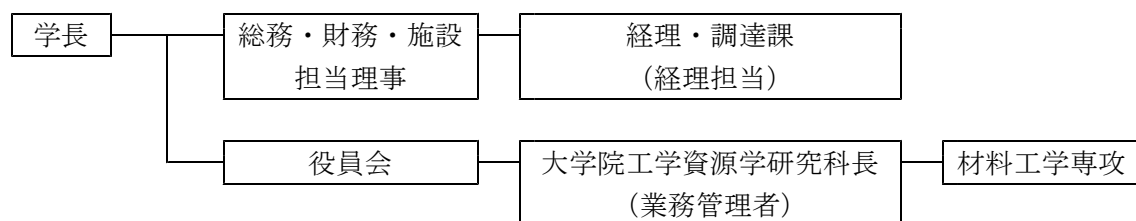
A株式会社



山形県工業技術センター



国立大学法人秋田大学



(3) 研究員

山形精密鑄造株式会社

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
中村保彦	技術部 次長	①、② (PL)
後藤与四昭	製造部 素形材製造課 次長	①、②
鈴木浩	技術部 技術課 課長	①、②
牛澤勤	技術部 技術課	①、②

橋本文雄	技術部 技術課	①、②
高橋良勝	技術部 技術課	①、②

A株式会社

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
研究員 a	生産技術部 生産技術課 主任	①-2、①-4
研究員 b	生産技術部 生産技術課	①-2、①-4
研究員 c	生産技術部 生産技術課	①-2、①-4
研究員 d	生産技術部 生産技術課	①-2、①-4
研究員 e	品質管理課 課長	①-2、①-4

山形県工業技術センター

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
藤野知樹	素材技術部 主任専門研究員	①-1、①-2、② (SL)
佐藤昇	素材技術部 次世代材料開発主幹	①-1、①-2、②
高橋裕和	素材技術部 専門研究員	①-1、①-2、②
松木俊朗	素材技術部 専門研究員	①-1、①-2、②
小川仁史	素材技術部 研究員	①-1、①-2、②
村上穰	素材技術部 研究員	①-1、①-2、②
齋藤壱実	素材技術部 研究員	①-1、①-2、②
近尚之	電子情報技術部 研究員	②-3、②-4

国立大学法人秋田大学

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
麻生節夫	大学院工学資源学研究科 教授	①-1
大口健一	大学院工学資源学研究科 准教授	①-1
小松芳成	大学院工学資源学研究科 技術専門員	①-1

(4) 協力者(研究推進委員会委員)

氏名	所属・役職	備考
中村保彦	山形精密鑄造株式会社 技術部 次長	PL <input checked="" type="checkbox"/>
鈴木浩	山形精密鑄造株式会社 技術部 技術課 課長	
研究員 a	A株式会社 生産技術部 生産技術課 主任	<input checked="" type="checkbox"/>
研究員 b	A株式会社 生産技術部 生産技術課	
藤野知樹	山形県工業技術センター 素材技術部 主任専門研究員	SL
久松徳郎	山形県工業技術センター 素材技術部 部長	
佐藤昇	山形県工業技術センター 素材技術部 次世代材料開発主幹	

松 木 俊 朗	山形県工業技術センター 素材技術部 専門研究員	
麻 生 節 夫	国立大学法人秋田大学 大学院工学資源学研究科 教授	
堀 江 皓	国立大学法人岩手大学 工学部 特任教授	アドバイザー
阿 部 利 彦	株式会社 IFG 技術開発部 主席研究員 工学博士	アドバイザー
渡 辺 融	元山形県工業技術センター 研究主幹	アドバイザー
山 田 享	山形県工業技術センター 置賜試験場 場長	アドバイザー

1-3 成果概要

(1) 耐食性の向上に関する研究開発

(1) - 1 腐食現象の解析と再現試験による調査

【担当機関：山形精密鑄造（株），山形県工業技術センター，国立大学法人秋田大学】

外観不良部断面を EPMA で分析したところ、けい素(Si)、マンガン(Mn)及びクロム(Cr)の複合酸化物であることが分かった。この酸化物は鑄型と溶湯が反応して形成されたものであると考えられた。

大気熱処理を再現した酸化試験後の試料表面では、900℃までは全く酸化物の剥離が起きないが、950℃以上になると酸化物の部分的な剥離が見られ、1000℃以上になるとその傾向が顕著になった。EPMA によって断面を線分析した結果、1000℃以上になると母材側には保護性の低い鉄(Fe)及び Cr を含むスピネル型の酸化物が形成し、雰囲気側は多孔質な鉄の酸化物が形成していると推察された。このため、酸化増量が準直線則になると考えられた。

(1) - 2 効果の検証と試作

【担当機関：山形精密鑄造（株），山形県工業技術センター，A（株）】

熱処理条件及び適切な熱処理前工程への変更によって、外観不良を改善し 48 時間の塩水噴霧試験で赤錆びを発生しない製品を製造（試作）することができた。

従来品の表面近傍の金属組織を観察したところ、マルテンサイト化していることが確認された。そのために耐食性が劣化しているものと考えられた。また、開発した製造条件による試作品をグロー放電発光表面分析装置で分析したところ、開発品の表面では Cr と酸素(O)が濃化しており、安定で緻密な Cr 酸化被膜が形成されていることも明らかになった。

(1) - 4 量産技術の開発と特性評価

【担当機関：山形精密鑄造（株），A（株）】

(1) - 2 の技術によって製造した試作品（試作量産品含む）3 水準を評価した。表面の腐食及び変色の状態を現行品と比較した結果、試作品 3 水準はいずれも現行品よりも防錆機能が改善されていることが確認された。最も優れた試作品では、いずれの試験でも変色や錆びの発生はなく、商品性が高いものであると評価することができた。

(2) 実体特性の評価に関する研究開発

(2) - 1 形状・寸法の違いによる機械的特性の変化の検証

【担当機関：山形精密鑄造（株），山形県工業技術センター】

ロストワックス鋳型による鋳造品の実体強度を板状試験片で推定した。熱処理品は熱処理前の引張強度に比べ若干減少し、約 530MPa であった。

砂型ノックオフ試験片の引張強度は、約 530 ～ 570MPa であり、バラツキは板状試験片の引張強度の 10%以内であった。砂型ノックオフ試験片では、ロストワックス鋳型による棒状試験片に比べ、強度のバラツキは小さかった。直径 25mm の試験片が熱処理後に強度が減少し、熱処理前後とも板状試験片とほぼ同じ特性であり、精度良く引張強度を把握できることが分かった。

(2) - 3 金属組織形成因子の究明と α/γ 比の定量評価

【担当機関：山形精密鋳造（株），山形県工業技術センター】

化学組成を変えてフェライト率を変化させた標準試料を作製した。合計 6 個の標準試料について磁気特性を評価したところ、フェライト率と保磁力や磁束密度に相関があることが確認された。

フェライト率の簡易定量法を検討し、測定条件を決定した。6 個の標準試料を用いて検量線を作成し、ロストワックス鋳型による試験片について金属顕微鏡（画像処理）による実測値と測定値を比較した。熱処理後の試験片を測定することで、実測値との差が 3 %以内に収まるような高い精度でかつ非破壊でフェライト率を把握することができた。

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

TEL 023-647-3163 FAX 023-647-3139

第2章 本論

2-1 耐食性の向上に関する研究開発

(1) 腐食現象の解析と再現試験による調査

(1)-1 前処理条件と熱処理条件の検討

現行工程で大気中で溶体化熱処理を行っていることが、鋳造品の表面のCrを酸化させCr欠乏層を形成させているものと推測された。そこで、熱処理時の酸化を防止するために、熱処理条件を検討した。しかし、外観不良となるシミ状の模様が発生し、この対策も必要となった。

図2-1-1-1に外観不良部断面をEPMAで分析した結果を示す。鋳型材に由来すると考えられるSiとジルコニウムの他に、CrとMnが検出され、これらの複合酸化物であることが判明した。

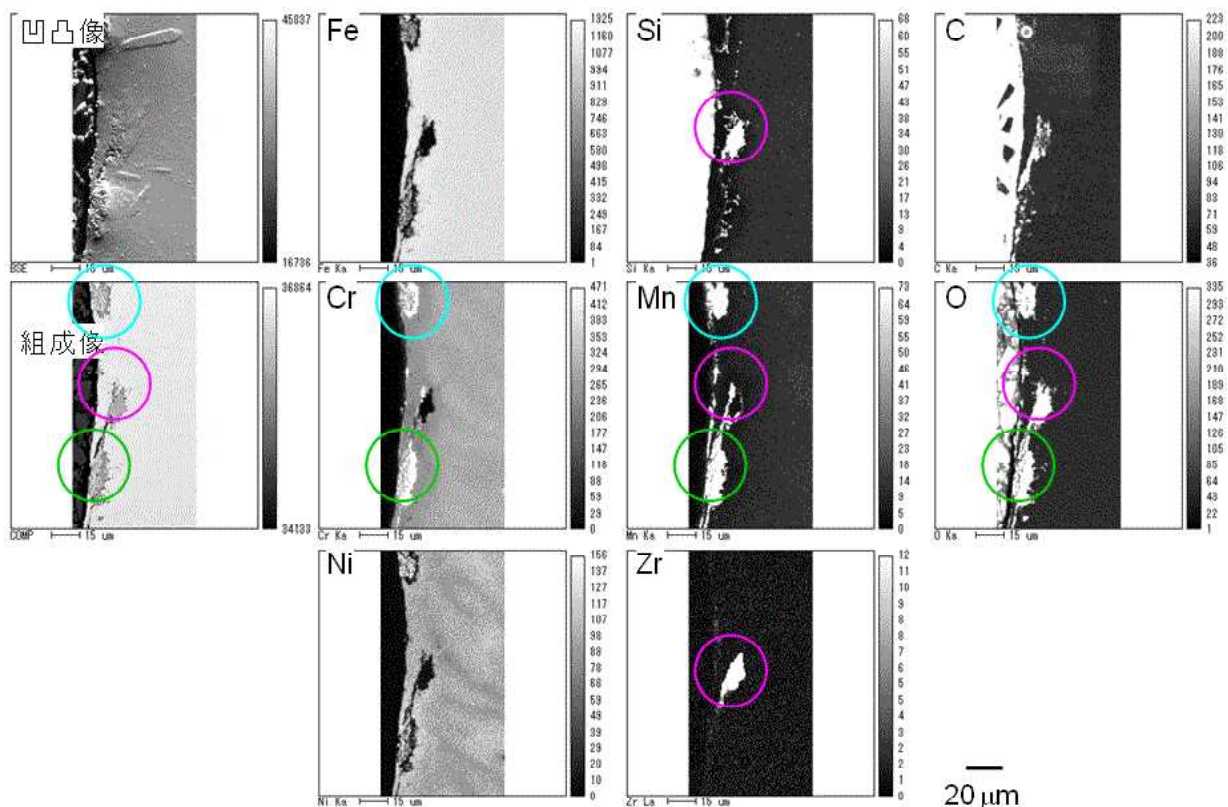


図2-1-1-1 外観不良部断面のEPMA分析結果

図2-1-1-2に、型ばらし前の鋳造品断面をEPMAで分析した結果を示す。これらの特性X線像から、鋳造後の鋳型側にCrとMnが存在していることが確認された。これらのCrとMnの由来を調査するために、鋳型材を蛍光X線分析装置で分析したが、CrとMnは検出されなかった。このことから、鋳型と溶湯が反応している可能性が高いと考えられた。

次に、鋳型材料、熱処理前工程及び熱処理条件を変えた試作品を評価した。その結果、塩水噴霧試験で48時間以内に赤錆びが発生しない条件が見いだされ、当初の目標を達成することができた。熱処理条件は、昇温条件、最終保持温度と時間を検討した。なるべく短時間で効率的に完了する必要があるが、炉内に入れた鋳造品の量によって温度ムラが発生することも想定

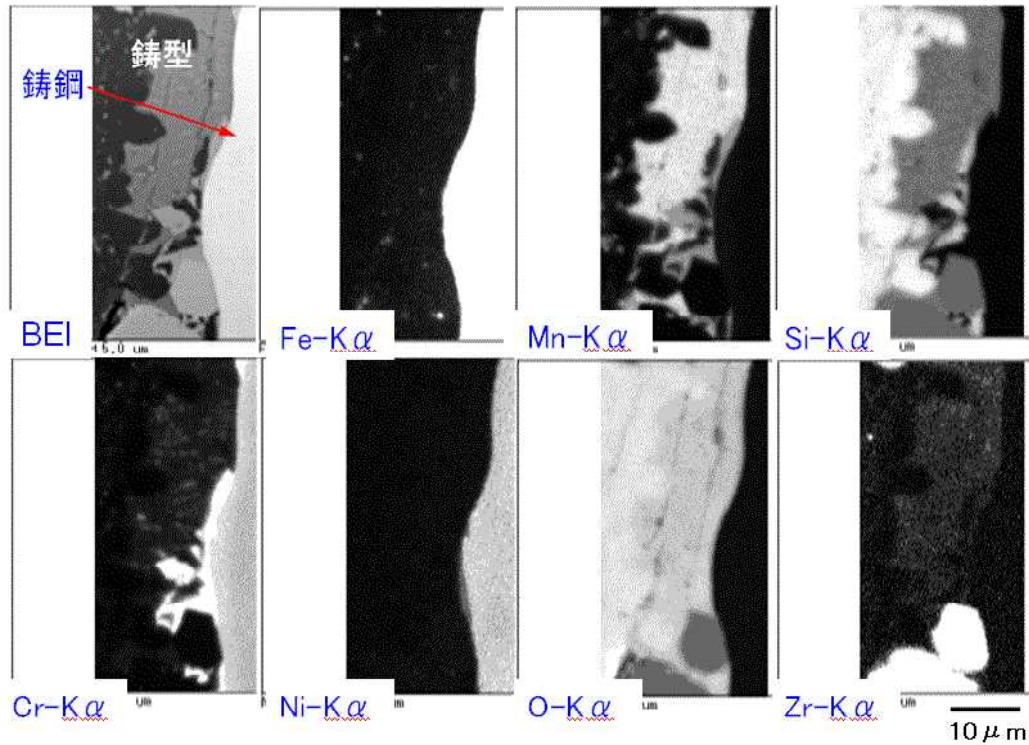


図 2-1-1-2 型ばらし前の鑄造品断面の EPMA 分析結果

される。十分に溶体化処理がされているか金属組織を確認するなどして、今後さらに検討していく必要がある。

(1)-2 腐食現象の解析と再現性試験による調査

本研究で使用した熱重量測定装置及び測定条件を表 2-1-2-1 に示す。高温酸化試験は、所定温度に一定時間保持する等温酸化と加熱-保持-冷却を 3 回繰り返すサイクル酸化について実施した。SUS304 ステンレス鋼について 900 °C から 1100 °C の温度範囲で各温度に 21 時間保持したときの酸化増量曲線を図 2-1-2-1 に示す。1100 °C での酸化増量が顕著で、その増加傾向は、酸化被膜の形成と剥離を繰り返す準直線則とみなされる。

表 2-1-2-1 高温酸化試験条件

	等温酸化	サイクル酸化
装置	島津マクロ型熱重量測定装置 (TGA-51H)	
試験温度, °C	700, 750, 800, 850, 900, 950, 1000, 1050, 1100	
保持時間, h	21h	7h×3回
加熱速度, °C/min	5, 10	25
パージガス	Arガス	
試験雰囲気	(Ar+O ₂)混合ガス(1:1)	
ガス流量, ml	100	
評価, mg	酸化増量	
試料サイズ, mm	φ8×2(φ2孔)	
表面仕上げ	#1000研磨, アセトン脱脂	

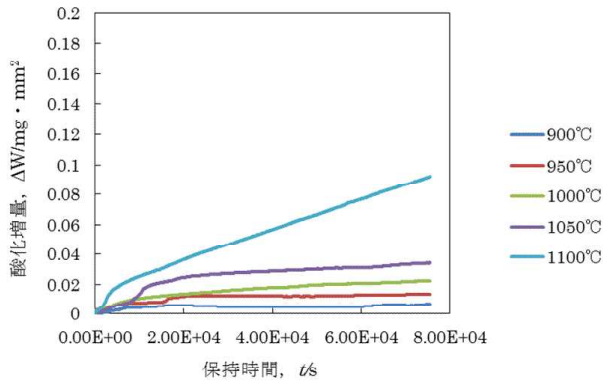


図 2-1-2-1 SUS304 の等温酸化における酸化増量曲線

900 °C に比べ 950 °C での酸化増量がやや多くなっているが、いずれも時間による増加は少なくほぼ一定であることがわかる。したがって、酸化増量の推移から判断すると 950 °C が酸化防止の限界温度とみなされる。図 2-1-2-2 は、SCS13 の等温酸化における酸化増量曲線である。SCS13 の場合は 1050 °C 以上で準直線則に準じて酸化が進行するのは明らかである。また、950 °C 及び 1000 °C では放物線則のように増加量が時間とともに徐々に減少した後、ある時間で酸化量が直線的に増加するのに対し、900 °C 以下では、酸化増量がほぼ一定あるいは減少傾向にあることがわかる。したがって、900 °C 以下が酸化防止の限界温度とみなされる。

図 2-1-2-3 は、SCS13 についてサイクル酸化試験を 3 回行った場合の酸化増量曲線である。950 °C 以上での酸化量の増加傾向が顕著である。

図 2-1-2-4 は SCS13 の等温酸化及びサイクル酸化、SUS304 の等温酸化試験後の酸化増量と温度の関係である。SCS13 と SUS304 の等温酸化は 1000 °C まではほぼ同じであるが、1050 °C 以上では差が大きくなる。一方、SCS13 の等温保持とサイクル酸化ではサイクル酸化のほうが 950 °C 以上で酸化増量が大きくなることがわかる。

図 2-1-2-5 ~ 図 2-1-2-7 は SCS13 のサイクル酸化試験後の酸化物の断面を EPMA で線分析した結果である。図 2-1-2-9 に示すように 800 °C における酸化物は非常に薄く、線分析の結果

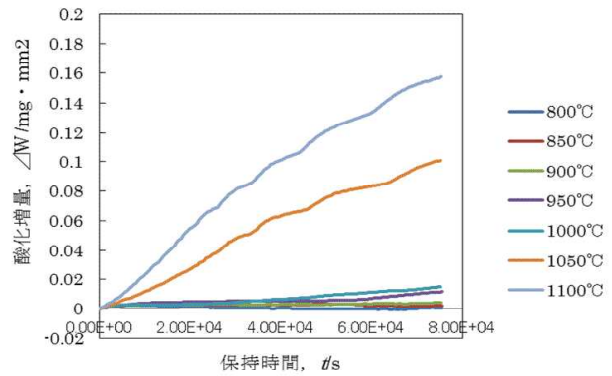


図 2-1-2-2 SCS13 の等温酸化における酸化増量曲線

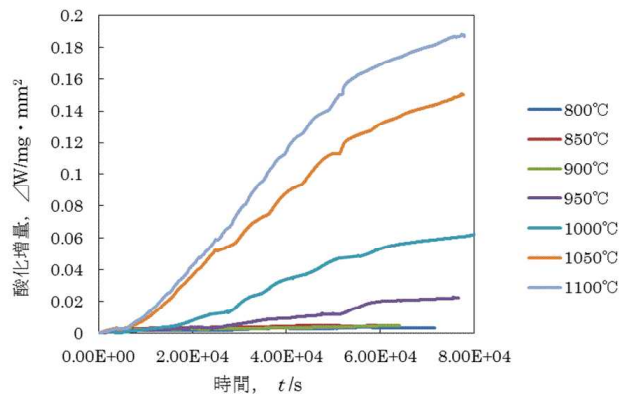


図 2-1-2-3 SCS13 のサイクル酸化における酸化増量曲線

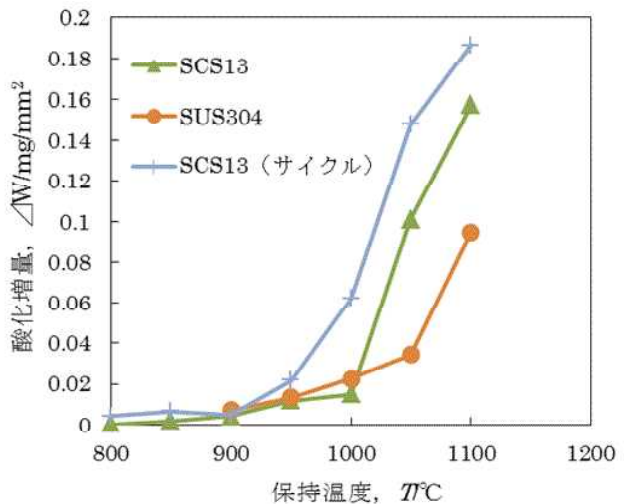


図 2-1-2-4 21 時間後の酸化増量と保持温度の関係

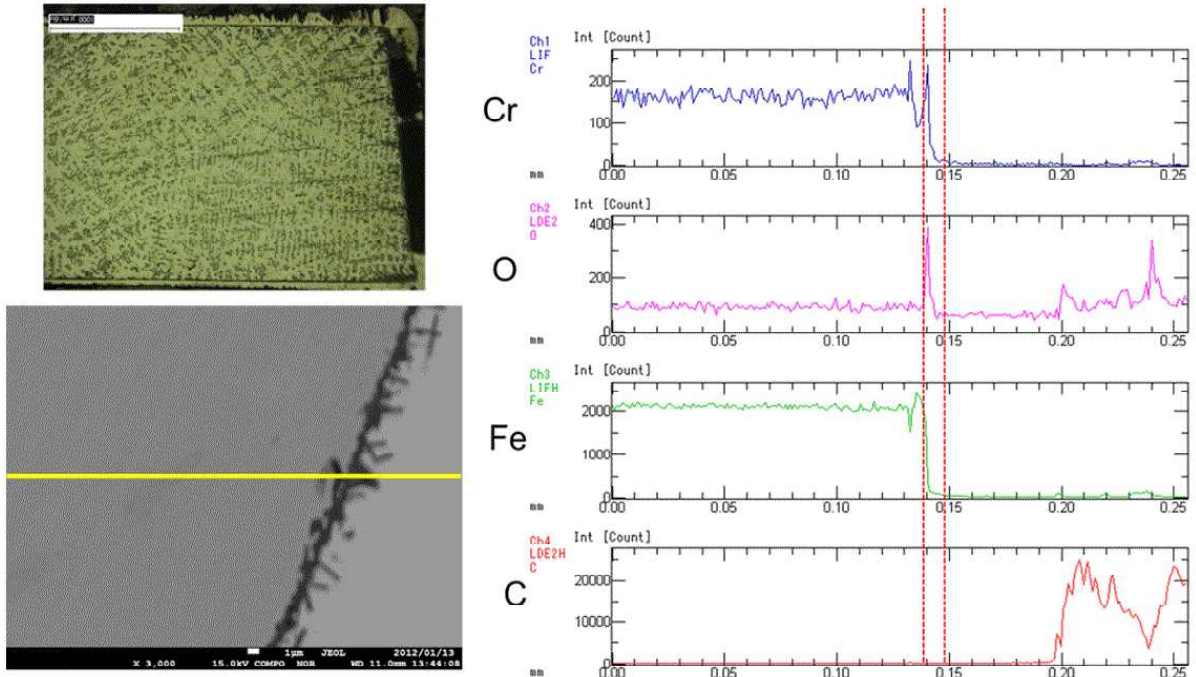


図 2-1-2-5 SCS13 の 800 °C でのサイクル酸化後の酸化物の線分析結果

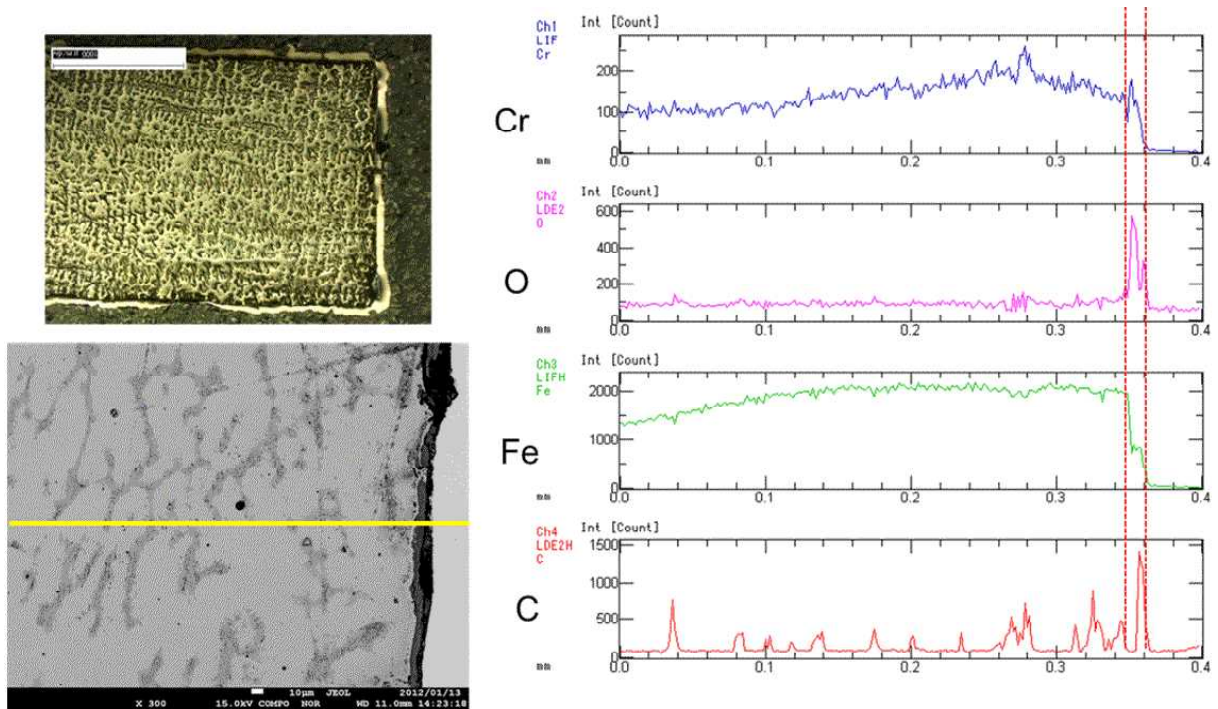


図 2-1-2-6 SCS13 の 1000 °C でのサイクル酸化後の酸化物の線分析結果

では酸化物内に O と Cr しか検出されないことから、保護性の高い Cr 酸化物である Cr_2O_3 が

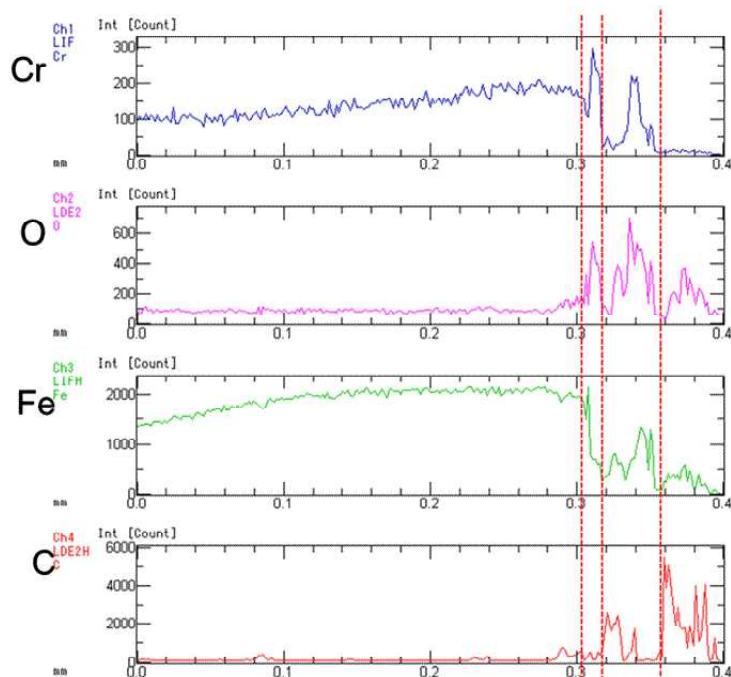
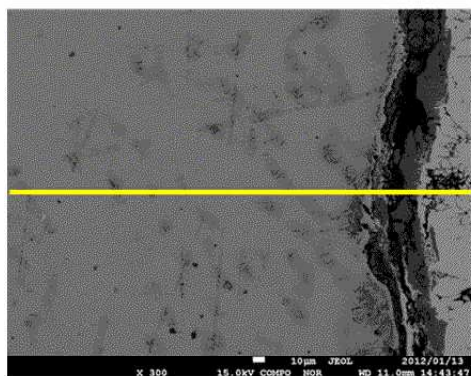
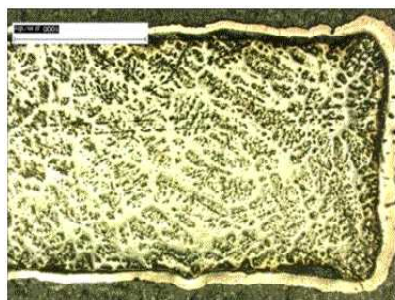


図 2-1-2-7 SCS13 の 1100 °Cでのサイクル酸化後の酸化物の線分析結果

形成していると考えられる。図 2-1-2-10 に示す 1000 °C の場合、母材側の酸化物には Cr のほかに Fe も検出されていることから、 Cr_2O_3 ではなく保護性の低い Fe 及び Cr を含むスピネル型の酸化物、その外側にはさらに保護性の低い Fe の酸化物が形成したと考えられる。酸化物は見かけ上それほど厚くなっていないが、これらの被膜が形成・剥離を繰り返しているものと推測される。1100 °C でも 1000 °C と同様に酸化が進行していると考えられる。表 2-1-2-2 は本研究結果

表 2-1-2-2 高温酸化支配法則

温度、°C	SCS13		SUS304
	等温	サイクル	等温
800	P	P	P
850	P	P	P
900	P	P	P
950	P+QL	P+QL	P
1000	QL	P+QL	QL
1050	QL	QL	QL
1100	QL	QL	QL

P：放物線則、QL：準直線則

における高温酸化挙動を支配法則で整理した結果であるが、850 °C 以下の場合、放物線則でも拡散速度が小さくなるので見かけ上、酸化増量がほぼ一定となる。

(2) 効果の検証と試作

(2)-1 耐食性向上のメカニズムの考察

(1)-1 で良好な耐食性を呈した 3 試料及び現行品について、表面近傍の元素分布の確認を行い、製造工程の違いと耐食性の違いの関係を検証した。

図 2-2-1-1 に、断面の金属組織写真を示す。I～III は中心部と表面近傍で色調の違いはないが、IV（現行品）は表面近傍が濃色に観察される。これは、カーリング液によるエッチングを行っているため、マルテンサイト組織が濃色に観察されることによる。図 2-2-1-2 に示すシェ

フラーの組織図からは、大気熱処理によって表面の Cr が欠乏することで、表面だけがよりマルテンサイト組織になりやすいと考えられる。

図 2-2-1-3 に、グロー放電発光表面分析装置（株式会社掘場製作所製 GD-Profiler2）による表面近傍の元素分析の結果を示す。条件 I 及び III は、ごく表面の 0.004 μm 付近に Cr のピークが確認されるのに対して、IV はピークは見られない。条件 I 及び III は、表面近傍に Cr が濃化しており、緻密で安定な Cr 酸化被膜が形成されたため、耐食性が向上したものと推測される。また、やや Cr のピークとずれるものの、Si のピークも確認される。図 2-2-1-2 に記載の式では、Si は Cr 当量を増加させオーステナイトを安定化させる効果があり、耐食性の向上に寄与している可能性がある。Si の効果及び Cr 酸化被膜形成のメカニズムは、今後さらに検討が必要である。

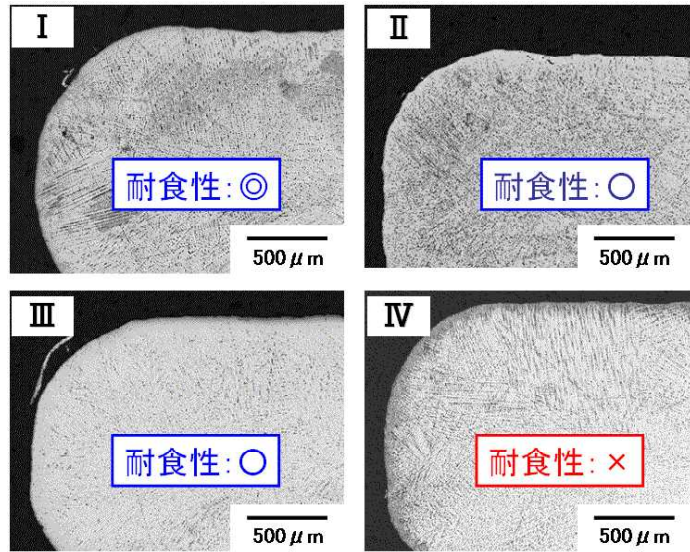


図 2-2-1-1 各試験片断面の金属組織
(エッチング：カーリング液)

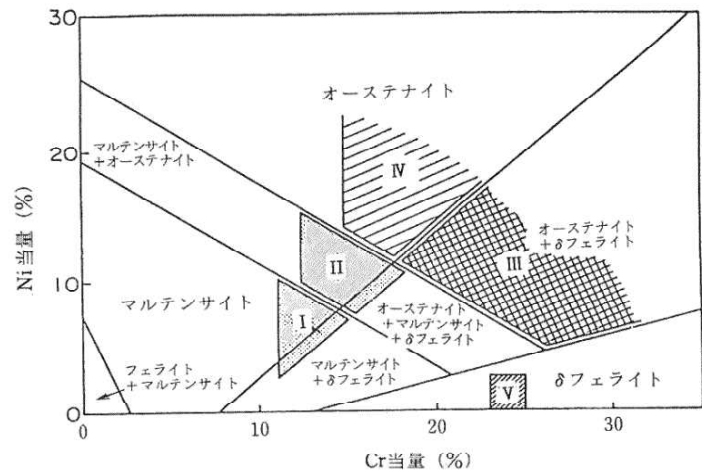


図 2-2-1-2 シェフラーの組織図

$$\text{Cr 当量} = [\% \text{Cr}] + [\% \text{Mo}] + 1.5 [\% \text{Si}] + 0.5 [\% \text{Nb}]$$

$$\text{Ni 当量} = [\% \text{Ni}] + 30 [\% \text{C}] + 0.5 [\% \text{Mn}]$$

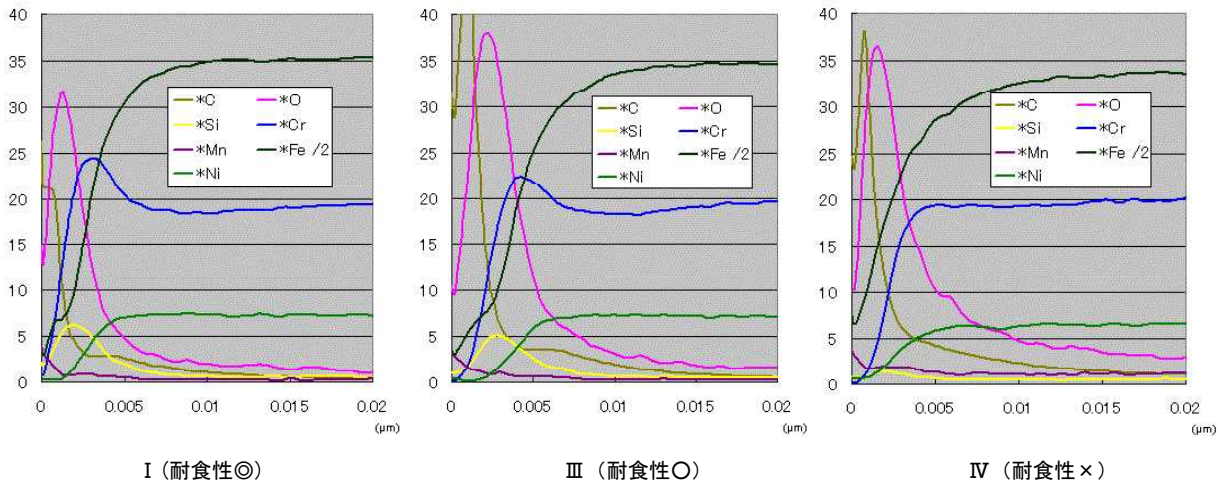


図 2-2-1-3 各試験片の GD-OES による分析結果

(3) 量産技術の開発と特性評価

(3)-1 改良 SCS13 の防錆機能評価

前述の工程によって試作した部品を、A（株）にて防錆機能を設定し、エンドユーザーの視点で現行鋳造品をベンチマークとして評価した。

錆びの発生機会としては、大きく分けて最終製品がユーザーに販売される前（販売以前）と販売された後（使用後）に分けられる。ユーザーに販売する前の保管、輸送及び展示の段階で錆びが発生することは、商品価値を損なうため防止する必要がある。一方、販売後は、使用環境からの腐食促進物質によって錆びの発生が想定される。熱による酸化被膜の成長で均一に着色されることは許容されるが、不均一な赤錆び発生は可能な限り防止することが求められる。

これらの視点から、これまでA（株）で実施してきた防錆機能改良実験条件を、本研究での開発試作品の検証実験とした。

評価した 3 種類の試作品は、小錆や薄い錆びが見られたものがあったが、現行品と比較していずれも防錆機能は向上していた。そのうちの 1 条件では、全体として良好で、錆びや劣化と思われる外観ムラは確認されず、良好な防錆機能を示し高い商品性が認められた。

2-2 実体特性の評価に関する技術の開発

(1) 形状・寸法の違いによる機械的特性の変化の検証

(1)-1 SCS13 の機械的特性の評価

図 2-1-1-1 に示す肉厚 5mm のロストワックス鋳型の板状試験片と直径 10mm の丸棒試験片が同じ引張強度を示すことを明らかにした。図 2-1-1-2 に示す砂型ノックオフ鋳型で前述の板状試験片と同じ引張強度になる試験片の形状を検討した。さらに、通常の製品は溶体化熱処理を

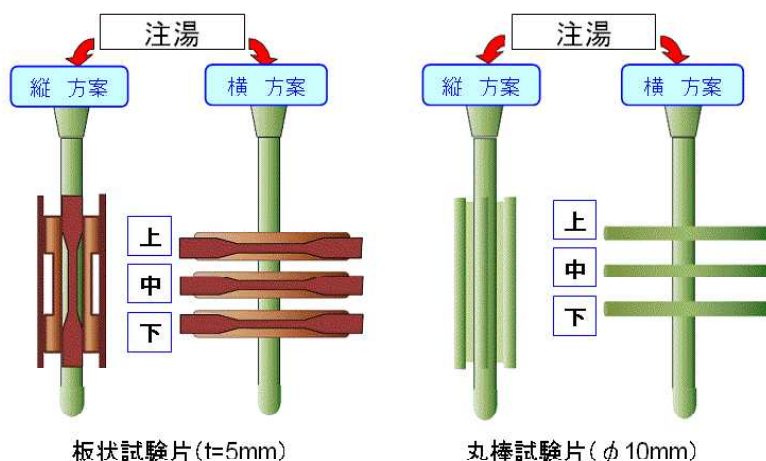


図 2-1-1-1 ロストワックス鋳型による板状試験片及び丸棒試験片の形状

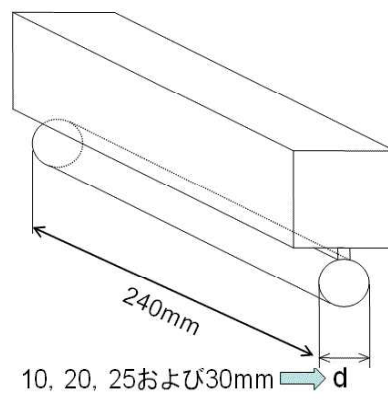


図 2-1-1-2 砂型ノックオフ試験片の形状

実施しているため、熱処理製品でも同等の引張強度を示すか確認を行った。

図 2-1-1-3 及び図 2-1-1-4 に、ロストワックス鋳型の板状試験片及び丸棒試験片の溶体化熱処理前後の引張強度を示す。鋳放し材では、いずれの形状・方案でも強度は約 550MPa であった。

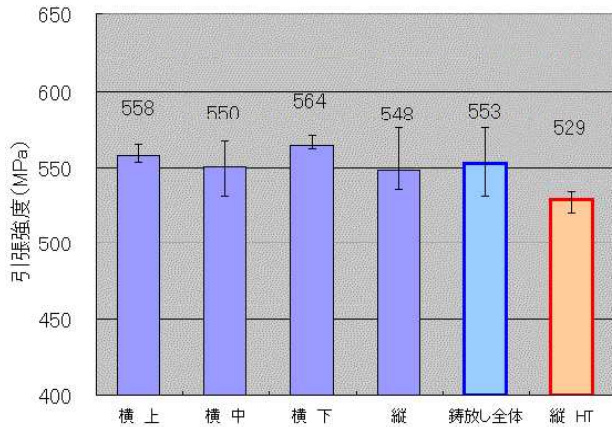


図 2-1-1-3 板状試験片(ロストワックス鑄型)の熱処理前後の引張強度

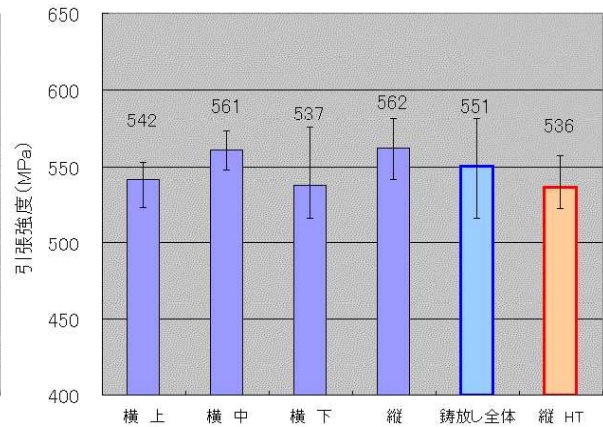


図 2-1-1-4 丸棒試験片(ロストワックス鑄型)の熱処理前後の引張強度

それに対して、板状の熱処理品（縦 HT）は約 530MPa となり、鑄放し品に比べて小さい値となった。丸棒試験片でも平均値はやや小さくなったが、板状試験片に比べるとばらつきは大きい。

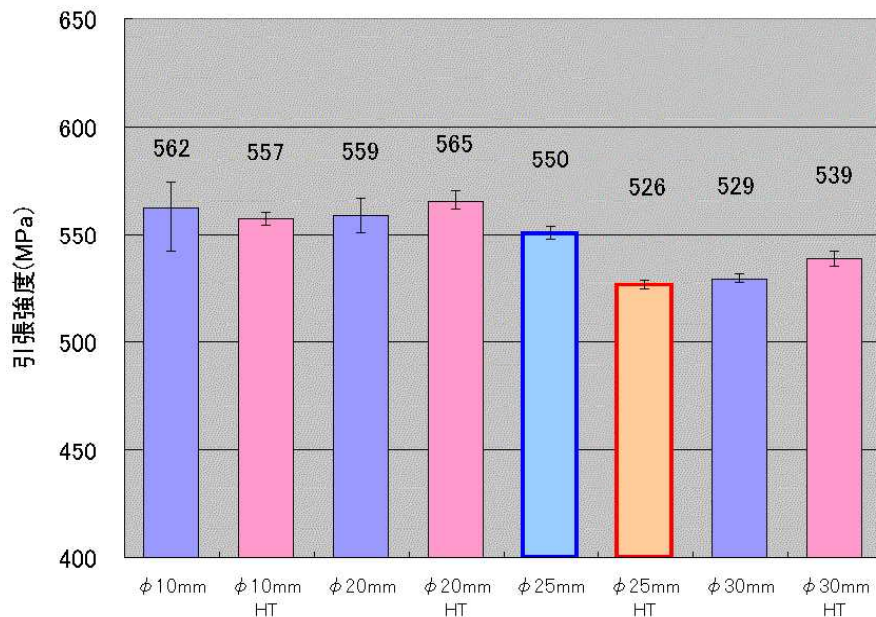


図 2-1-1-5 砂型ノックオフ鑄型試験片の熱処理前後の引張強度

図 2-1-1-5 に、直径の異なる砂型ノックオフ試験の熱処理前後の引張強度を示す。鑄放し品では、直径が大きくなるに従って引張強度が小さくなる傾向が見られる。直径 10 及び 20mm の試験片では、熱処理前後で引張強度に大きな変化は見られないが、直径 25mm では、熱処理品の強度が小さくなり、直径 30mm ではやや大きくなっている。特に直径 25mm の試験片では、鑄放し品が約 550MPa、熱処理品が約 530MPa となり、ロストワックス鑄型の板状試験片と同等の強度であった。今後、結晶粒の大きさなども確認し、試験片形状と機械的特性の違いを検討していくことが必要である。

(2) 金属組織形成因子の究明と α/γ 比の定量評価

(2)-1 SCS11 の標準試験片作製及び特性評価

表 2-2-1-1 に、作製した標準試料の化学組成を示す。直径 25mm の砂型ノックオフ試験片と外径 45mm、内径 35mm、長さ 100mm のパイプ形状の砂型試料を作製した。

表 2-2-1-1 標準試料の化学組成

	#1	#2	#3	#4	#5	#6	Mass% JIS規格 (SCS11)
Ni	2.4	4.5	6.1	7.7	5.4	8.8	4.0~7.0
Cr	27.9	26.2	24.1	22.6	23.5	28.3	23.0~27.0
C	0.064	0.038	0.069	0.055	0.12	0.12	<0.08
Si	0.51	0.49	0.47	0.51	0.71	0.64	<1.5
Mn	0.45	0.41	0.46	0.47	0.39	0.44	<1.0
S	0.009	0.010	0.008	0.008	0.008	0.007	<0.03
Mo	2.3	2.3	2.2	2.2	2.3	2.2	1.5~2.5

H23年度 作製

はじめに、それぞれの試験片について、光学顕微鏡による金属組織観察(画像処理)によってフェライト率を測定した。表 2-2-1-2 に各試料のフェライト率を示す。No.2、No.3 及び No.5 は、化学組成については JIS の規格内であるが、試験片形状でフェライト率に大きな違いが見られた。金属組織の形成因子としては、化学組成と冷却速度が複雑に影響していると推測される。

表 2-2-1-2 標準試料のフェライト率

	#1	#2	#3	#4	#5	#6	%
ノックオフ	100	92	65	46	68	52	
パイプ	95	90	50	26	79	77	

H23年度 作製

次に、ノックオフ試験片について、断面を X 線回折分析によってフェライト率の測定を試みた。図 2-2-1-1 に回折パターンを示す。オーステナイトは (110) と (200) ピークが、フェライトは (111) と (200) のピークが検出された。強度が大きいオーステナイト (110) 及びフェライト (111) の強度の和とフェライト (111) の強度の比を計算して、X 線回折によるフェライト率とした。図 2-2-1-2 に金属組織観察によるフェライト率と X 線回折によるフェライト率の相関を示す。No.1 と No.2 はよく一致するが、特に No.3 の相関が小さい。フェライト率

が 100%に近い場合には結晶の配向による影響があまり大きくないが、オーステナイトの割合が大きい場合には、配向による影響が顕著になったものと考えられる。本研究での標準試料のフェライト率は、配向の影響が少ない画像処理による数値を基準とすることとした。

続いて、**図 2-2-1-3** に磁気特性の測定結果を示す。最大磁束密度と残留磁束密度は、0.05 ~ 50Hz の周波数の範囲では、フェライト率が 80%付近までは大きな違いが見られず、80%を超えると急激に増加している。一方、(最大)保持力は、フェライト率が大きくなると減少する傾向が見られる。また、周波数による変化も見られ、50Hz の保持力は、フェライト率が大きくなると増加した。以上の結果より、フェライト率が変化すると磁気特性が変化することが把握できた。

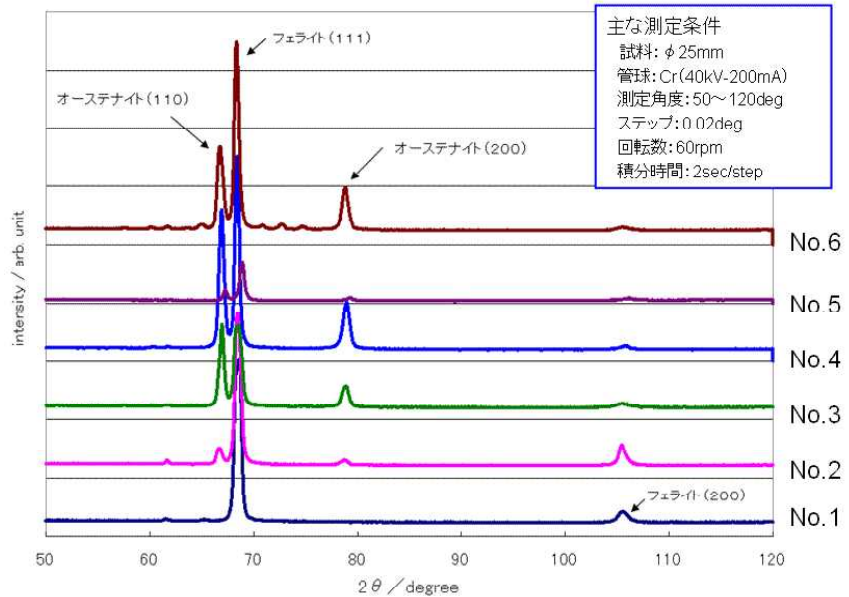


図 2-2-1-1 標準試料のX線回折パターン (φ 25mm)

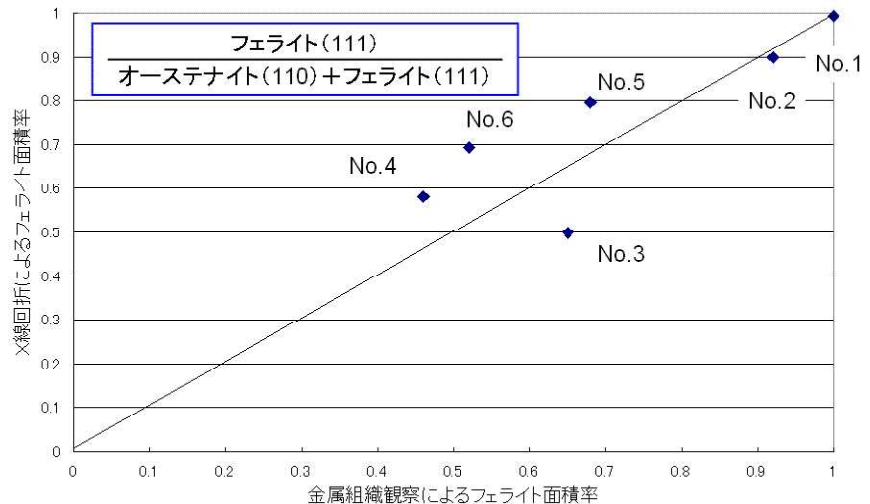


図 2-2-1-2 金属組織観察とX線回折によるフェライト率の相関

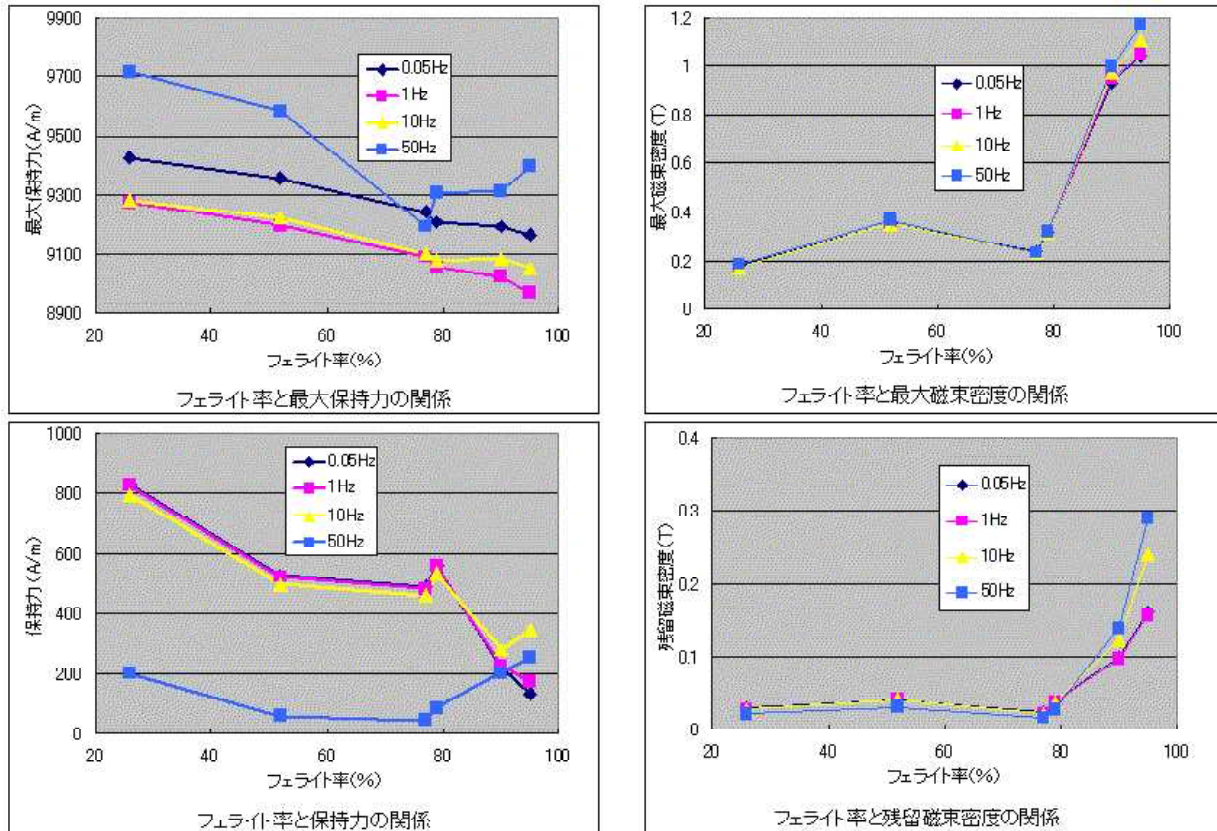


図 2-2-1-3 標準試料の磁気特性の例

(2)-2 渦電流法によるフェライト率測定装置の開発

(2)-1 で、フェライト率と磁気特性に相関が見られたことから、磁気特性を応用したフェライト率の測定を検討した。図 2-2-2-1 に、(2)-1 でノックオフ鋳型試験片から切断しフェライト率を測定した 6 個の円盤状標準試料について、周波数を变化させた際の渦電流の出力電圧を示す。周波数を大きくすると出力電圧は低下する傾向が見られるが、いずれの周波数でも良好な相関が見られた。

図 2-2-2-2 に、フェライト率測定装置の検量線を示す。相関係数はいずれも 0.99 程度で信頼性が確保されていると考えられた。最終的にこれらの検量線を保存させたフェライト率測定装置を開発した。

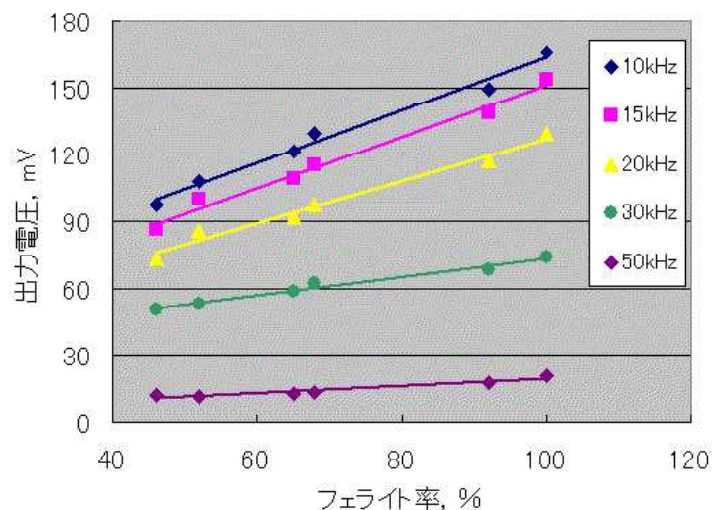


図 2-2-2-1 周波数と出力電圧の関係

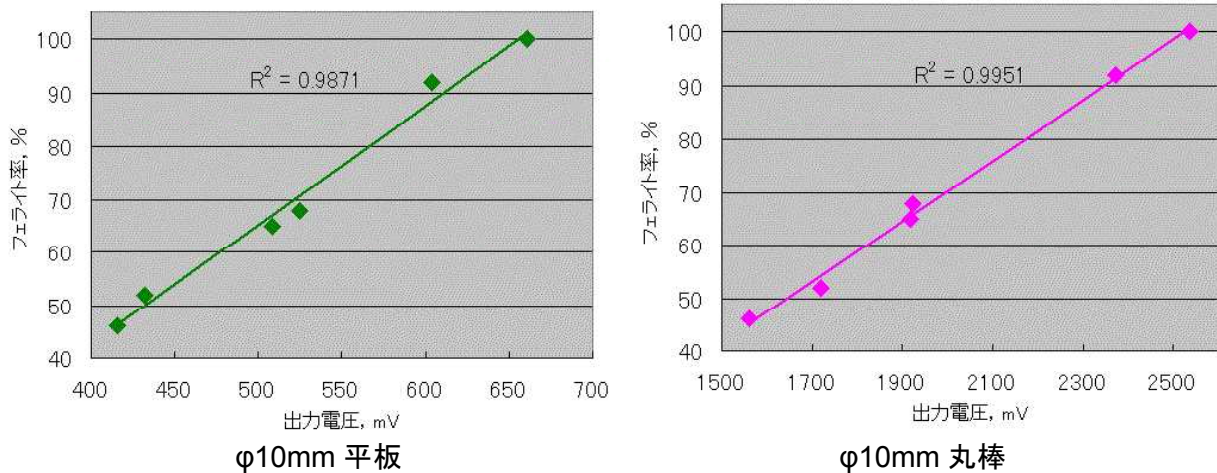


図 2-2-2-2 フェライト率測定装置の検量線

表 2-2-2-1 に、ロストワックス鋳型で製造した丸棒試験片（直径 10mm）及び板状試験片（幅 15mm、肉厚 5mm）を測定した例と実測値を示す。試験片は同じ溶湯で製造したが、鋳放し品では実測値と比較的大きい差が見られた。しかし、熱処理後の試料では測定方法によらずほぼ 60% で一致している。鋳放し品は冷却速度が大きいため急冷マルテンサイト相とオーステナイト相が混在したが、画像解析ではこれらの区別がつきにくく、フェライトが多いと計算されたと推測される。熱処理によって急冷マルテンサイト相は安定なオーステナイト相とフェライト相へ変態し、区別がつきやすい金属組織となったため、双方の測定値が一致したと考えられる。ロストワックス鋳鋼の試作品においても、熱処理後の試験片を測定することで金属組織観察（画像処理）による実測値と 3% 以内で把握できることが分かった。

表 2-2-2-1 ロストワックス鋳型による試験片とフェライト率の測定例



試料		測定方法	
		φ10mm平板	実測値
板状試料 (15 × 19 × t5)	鋳放し	62	71
	熱処理	59	58



試料		測定方法	
		φ10mm丸棒	実測値
棒状試料 (φ10 × 30)	鋳放し	64	69
	熱処理	60	60

第3章 総括

本研究では、ロストワックスステンレス鋳鋼品の信頼性を向上させ、自動車部品等における需要を拡大させていくことを目的に

- ①耐食性の改善
- ②部材実体の機械的特性の保証
- ③部材実体の金属組織の保証

を実現することを目指した。

平成 22 ～ 23 年度の 2 ヶ年の研究期間で、各項目について以下の成果を得た。

- ①では、SCS13 を対象に、48 時間の塩水噴霧試験で赤錆びを発生しない製造条件を確立した。
- ②では、SCS13 を対象に実体強度を推定し、 $\pm 10\%$ 以内の引張強度となる別鑄込みの砂型試験片の製造条件を確立した。
- ③では、SCS11 を対象に、実測値と $\pm 3\%$ の精度でかつ非破壊でフェライトとオーステナイトの比率を把握する手法を確立した。

いずれの成果も、特定の材種について個別の目標を十分達成することができたが、ステンレス鋳鋼品には多くの材種があり、川下企業からの多様なニーズに応じていくには上記以外の材質に対しても信頼性を向上させていくことが必要である。

そのためにも、今後も補完研究を実施し産学官が一体となって事業化に向けた取り組みを継続していく予定である。

【専門用語等の解説】

1 ロストワックス鑄造法

ワックスで原型を作る鑄造法。ワックスの周りに液状の鑄型材（スラリー）をコーティングした後、焼成によりワックスを除去して鑄型とする。一般的な砂型鑄造と比較し、寸法精度や表面粗さに優れる。

2 砂型

珪砂などの砂を粘土や樹脂で固めて作った鑄型。一般的な鑄造法で使用。

3 実体強度

鑄造品の実際の強度。寸法、形状の影響により、別に採取した専用試験片と強度が異なることが多い。

4 本体付き試験片

鑄造品と同一の鑄型により採取した試験片。

5 オーステナイト

鉄系材料の結晶構造の一つで、非磁性である。一般に γ 鉄ともいう。ニッケルを多く含むステンレス鋼（鑄鋼）はオーステナイト組織となり、耐食性に優れる。

6 フェライト

鉄系材料の結晶構造の一つで、ほぼ純鉄で強磁性である。軟らかく靱性や延性に優れている。一般に α 鉄ともいう。

7 マルテンサイト

鉄系材料の結晶構造の一つで、強磁性である。オーステナイトから結晶構造が変化してできる。硬くて脆い。

8 耐食性

腐食のしにくさ。腐食には、高温で空気などに曝されて酸化する乾食と日常環境で水分や塩分などによって腐食する湿食がある。

9 不動態

金属表面に生成したごく薄い被膜によって、耐食性、耐薬品性が備わった状態。

10 EPMA（電子線マイクロアナライザ）

電子線を照射して、微小な部分の形状観察や元素の分析を行う表面分析装置。

11 GD-OES（グロー放電発光表面分析装置）

分析試料を電極として放電プラズマ現象を発生させ、試料表面をスパッタしながら元素の存在状態を分析する表面分析装置。

12 X線回折装置

X線を照射して、被測定物の結晶構造を特定する装置。