

マッチング・ファンド方式による産学連携研究開発事業

複合硫化物制御による Pb フリーステン鋼の開発

研究開発プロジェクト総括研究成果報告書

平成 13 年 5 月

総括代表者 石田 清 仁
(東北大学未来科学技術共同研究センター・教授)

企業分担代表者 岡部 道 生
(大同特殊鋼(株)技術開発研究所・特殊鋼研究部長)

企業分担代表者 杉浦 三 朗
(東北特殊鋼(株)・取締役)

研究開発プロジェクトの背景・経緯と目的

鉛は、人体に対し甚大な悪影響を及ぼすことから、あらゆる分野においてその使用が規制されつつある。このため本邦の産業界においても、鉛を含む種々の材料で Pb フリー化の研究が緊急の課題となっている。鉛を添加した鋼は、被削性が特に優れているため、自動車、精密機械、家電製品などのあらゆる製品で積極的に用いられている。従来、鋼中に MnS を分散した鋼が開発されていたが、この材料は、機械的性質に異方性があることや、耐食性、溶接性が悪いなどの欠点があった。

本研究では、強い硫化物形成傾向を有する Ti を添加し、 $Ti_4C_2S_2$ の複合硫化物を鋼中に分散させることにより、上記の特性の劣化を防ぐとともに、酸素、窒素および Al、Si 濃度のコントロールにより、硫化物の形態、分散状態を積極的に制御し、新しいタイプの Pb フリーステンレス鋼の開発を目指すものである。本研究によって Pb フリーステンレス鋼の製造技術の確立と量産化を世界に先駆けて行うことは、本邦における鉄鋼の製造技術力と環境問題に正面から取り組む姿勢を示すことになるので、国際的にも大きな意義があると考えられる。

共同研究組織

・総括代表者	石田 清仁	(東北大学・未来科学技術共同研究センター・教授)
・研究分担者	貝沼 亮介	(東北大学・大学院工学研究科・助教授)
・研究分担者	大沼 郁雄	(東北大学・大学院工学研究科・助手)
・企業分担代表者	岡部 道生	(大同特殊鋼株式会社・技術開発研究所特殊鋼研究部・部長)
・研究分担者	野田 俊治	(大同特殊鋼株式会社・技術開発研究所特殊鋼研究部・チーム長)
・研究分担者	清水 哲也	(大同特殊鋼株式会社・技術開発研究所特殊鋼研究部・チーム副主任研究員)
・研究分担者	石川 浩一	(大同特殊鋼株式会社・技術開発研究所特殊鋼研究部・チーム係員)
・研究分担者	畑佐 文孝	(大同特殊鋼株式会社・技術開発研究所特殊鋼研究部・チーム係員)
・研究分担者	前田 浩	(大同特殊鋼株式会社・技術開発研究所特殊鋼研究部・チーム係員)
・研究分担者	竹中 雅志	(大同特殊鋼株式会社・技術開発研究所特殊鋼研究部・チーム係員)
・企業分担代表者	杉浦 三朗	(東北特殊鋼株式会社・技術部・取締役)
・研究分担者	江幡 貴司	(東北特殊鋼株式会社・技術部技術管理・チームリーダー)
・研究分担者	栗田 和幸	(東北特殊鋼株式会社・技術部技術管理・チーム係員)
・研究分担者	佐藤 秀貴	(東北特殊鋼株式会社・技術部品質保証・チーム係員)
・研究分担者	高橋 博哲	(東北特殊鋼株式会社・技術部品質保証・チーム係員)
合計	15名	

研究期間 平成 12 年 3 月 17 日～平成 13 年 3 月 31 日

研究開発の実施状況等

(1) 研究開発の実施状況

東北大学では、Pb フリーステンレス鋼の開発の基礎資料として重要な CrS および TiS の組織安定性や形態および熱力学的特性について調査した。

大同特殊鋼(株)では、東北大学等での状態図計算結果を基に、Ti 炭硫化物の生成を阻んだ鋼種について、実機量産設備を用いた二度の試作を実施し、当該鋼種の量産製造技術を確立した。また、鋼種

開発の一助とすべく、少量試作材による成分変動の影響の把握、大型鋼塊の品質確認、および精密切削性の評価を実施した。

東北特殊鋼（株）では、複合硫化物を利用したPbフリー電磁ステンレス鋼の量産技術の確立を目的として、大規模（70ト）溶解による試作を行い、期待以上の特徴を有する電磁ステンレス鋼が、量産規模で安定に製造出来ることを確認した。尚、従来品（Pb快削材）のユーザー数社に依頼した実用性評価は、本事業期間内には終了しなかったが現在進行中である。

（2）各機関別の研究開発目標、実施方法、成果

（2-1）東北大学

a. 研究開発目標

鉄鋼中の硫化物の微細分布と形態制御を行うためのプロセスを確立し、電磁ステンレス及び汎用のフェライト系ステンレス鋼へ適用し、現在Pb入りのステンレス鋼に代わる新しいタイプのステンレス鋼を開発するための基礎データを得る。

b. 実施方法

計算機支援に基づいた硫化物の生成、形態予測を行い硫化物を微細に分散させる方法を確立する。

フェライト系ステンレスの基本であるFe-Cr-S系に関する相境界および熱力学データよりパラメータを決定し、副格子モデルによる各相の自由エネルギーの記述を行った。

Fe-Cr-S 3元系で、板状、微細球状、粗大球状の3種類の形態を観察した。

Fe-Cr-S 3元系にTi、Mnを添加し、Fe-XS（X=Ti、Mn）擬二元系状態図に従ってその形態が変化と酸化物の影響を観察した。

c. 成果

Fe-Cr-S系に関する相境界および熱力学データよりパラメータを決定し、副格子モデルによる各相の自由エネルギーの記述を行った結果Fe-Cr-S系における計算状態図は、殆どの実験値と良く一致した。

Fe-Cr-S 3元系では、板状、微細球状、粗大球状の3種類の形態が観察され、これらは硫化物中のCr/S比の大小による生成過程の違いによってその形態に変化が現れる。微細粒状硫化物は二種類の生成過程があり、再融反応により生成した硫化物は球状、共析反応により生成した硫化物は棒状となることが判明した。

Fe-Cr-S 3元系に、Ti、Mnを添加すると、Fe-XS（X=Ti、Mn）擬二元系状態図に従って硫化物が生成するために、その形態が変化し、Cを添加すると炭化物が生成するために形態は大きく変化する。Zr添加の際の形態変化は酸化物の影響が関与していると考えられる。

（2-2）大同特殊鋼株式会社

a. 研究開発目標

Pbを含有する現用のフェライト系快削ステンレス鋼と同等程度の特徴を有するPbフリー快削ステンレス鋼開発のため、Ti系複合硫化物（Ti炭硫化物）を生成させた鋼種の量産製造技術の確立とその特性評価を行う。

b. 実施方法

量産製造技術の確立

代表的なフェライト系ステンレス鋼のSUS430をベースに、Ti炭硫化物の生成を狙った鋼種

(Fe-20Cr-1.5Mo-0.36S-C,Ti ; mass%) について、10 t 溶解規模での量産工程にて第一次試作を行い、量産に際しての課題の抽出を行う。その結果を元に、適切と考える対策をとった上で、第二次試作を行い量産製造技術の確立を図る。

特性調査

量産製造技術の確立の際に成分設計した鋼種をベースに成分を変動させた 7 鋼種について 150 k g 溶解試作を行い、被削性、耐食性、熱間加工性などを評価し、特性に及ぼす成分の影響を把握する。

また、大型鋼塊の均質性を把握するため、既存快削ステンレス鋼を比較材として、4.6 t 大型鋼塊の組織観察、熱間加工性の評価を実施する。加えて、P b を含有する超快削ステンレス鋼の最近の用途として、H D D や光ファイバー部品などの精密部品が挙げられることから、量産製造技術の確立の際に試作した材料を用いて、精密切削性について評価を行う。

c . 成果

量産製造技術の確立

二度の量産規模での試作により、適切な製造工程を採ることによって、T i 炭硫化物を生成させた鋼種は、十分高い量産製造性を有することを確認した。

特性調査

T i 炭硫化物を生成させた鋼種は、C , S などの成分を変動させることにより、熱間加工性は S 量が少ない鋼種が、また被削性は S 量が高い鋼種が、より良い特性を示すものの、T i 炭硫化物が主たる介在物として存在している鋼種である限り、基本的には熱間加工性、被削性、耐食性は高い特性を維持することを確認した。

T i 炭硫化物を生成させた鋼種の大型鋼塊の均質性は、現在広く用いられているマンガン硫化物系快削ステンレス鋼 (SUS430F , Fe-16Cr-0.3S ; mass%) および P b を添加した既存超快削ステンレス鋼 (Fe-19Cr-0.3S-0.15Pb ; mass%) に比べ、組織が細かく均質であり、熱間加工性が高いことを確認した。

第二次量産試作材を用いた精密切削性の評価では、T i 炭硫化物を生成したステンレス鋼の精密旋削性は、既存の超快削ステンレス鋼と比べても高い被削性を有することを確認した。

(2 - 3) 東北特殊鋼株式会社

a . 研究開発目標

複合硫化物の形態と分散の制御による、磁気特性、冷鍛性、被削性及び耐食性に優れた P b フリー電磁ステンレス鋼の量産技術の確立と評価を行う。

b . 実施方法

小規模溶解 (< 1 ト) による事前の試作・調査に基づき、量産規模及び工程での試作製造と試作品の特性及び材質調査を行った。即ち、1 次工程 (5 乃至 70 ト溶解 - 分塊 - 圧延等) を大同特殊鋼(株)に委託して素線材を製作し、東北特殊鋼(株)において、引抜き 熱処理 曲り矯正 センタレス研磨等の既存品と同様の 2 次工程を実施して、製品と同仕様の棒鋼を試作した。また、試作品について、被削性、磁気特性、機械的特性、各種物理特性、耐蝕性等の特性評価を行った。

c . 成果

本事業に先行して行った小規模試作試験調査から予測された特性を有する製品の量産規模での製造条件をほぼ確立した。

1 次工程 (アーク溶解 (5 ト、及び 7 0 ト) - 精錬 - 分塊圧延 - 鋼片疵取り - 線材圧延 - 酸洗処理)

複合硫化物を主として構成するチタン炭硫化物を効果的に析出させるための成分調整は、計画通り順調に行われ、分塊圧延から線材圧延工程においても重大な割れや疵は発生せず通常の範囲内であった。製造性は従来材と比較して、殆ど問題ない事が判った。

2次工程（皮削り-引抜-熱処理-曲り矯正-セントレス研磨-保磁力測定-疵検査）

1次工程同様、全く問題なく製造する事が出来た。疵発生率や磁気特性の観点からは、従来材同等以上である。

材質確認評価

結晶粒度3～4のほぼ均質なマイクロ組織が得られ、介在物の殆どが狙い通り、微細に分散するチタン炭硫化物からなることが確認された。

特性評価（磁気特性、被削性、冷間鍛造性、耐食性、物理・機械特性）

被削性は、Pb快削材、MnS快削材よりも優れ（工具磨耗量が約1/2）、磁気特性、物理・機械特性は、ほぼ同等、耐食性は従来材よりやや優れていることを確認した。

まとめ

（1）当該研究開発プロジェクト全体の進捗状況及び成果のまとめ

東北大学の基礎研究から得られた知見を基に、Ti炭硫化物が生成する適切な合金設計を行った電磁ステンレス鋼、フェライト系ステンレス鋼について実機量産設備を用いた試作を実施し、これら鋼種の量産製造技術を確認した。また、これらの鋼種について、被削性、耐食性、磁気特性などの調査を行い、従来のPbを含有する快削鋼の代替材としてなり得るのに十分な特性を有することを確認した。

（2）今後の展開

フェライト系ステンレス鋼は、IT関連分野を中心に具体的なユーザーニーズを把握し、適切な特性を有する鋼種開発を進める。

電磁ステンレス鋼に関しては、当面、現状の研究体制は維持しつつ、自動車エンジン等安全に関わる用途が多いことから、更に数回の量産試作により製造性及び特性の再現性と安定性を十分に確認すると共に、現在進行中のユーザー評価を待って、商品化スケジュールを明確にする。

いずれも、平成13年度中を目処に商品化するよう研究開発を進める。

キーワード

Pbフリー、フェライト系ステンレス鋼、硫化物、形態制御、状態図、凝固、耐食性、電磁ステンレス鋼、チタン炭硫化物、快削鋼、磨き棒鋼、軟磁性、磁性材料、冷鍛性、被削性、製造性、TICS、快削鋼、

研究成果発表

・新聞発表

2001年3月6日：新聞発表（於 経団連会館）

2001年3月6日：米国プレスリリース（於 SAE World Congress, Detroit USA）

2001年3月6日：国内新聞各社向け発表 2001年3月6日（現地）：SAE（Detroit）

2001年3月7日：産業新聞、日経産業新聞、日刊工業新聞、鉄鋼新聞、化学工業新聞

日刊自動車新聞（快削ステンレス鋼、非鉛鋼の量産技術開発）

2001年3月14日：朝日新聞

2001年3月27日：中日新聞

・学会誌等

1. K.Oikawa, T. Ikeshoji, H. Mitsui and K. Ishida, "Morphology Control of Sulfide in Fe-Cr-S Alloys during Solidification", Mater. Res. Soc. Symp. Proc., 589 (2000) 369-374
2. K. Oikawa, H. Mitsui, H. Ohtani and K. Ishida, "Thermodynamic Calculation of Phase Equilibria in the Fe-Cr-S System", ISIJ International, 40(2000) 182-190.

・口頭発表

1. 光井 啓, 及川勝成, 大沼郁雄, 貝沼亮介, 石田清仁, "Fe-Cr-S 合金における硫化物析出とその場観察, 日本鉄鋼協会秋期大会, 平成 12 年 10 月・ 学会誌等、口頭発表