



表紙の言葉

tsukuru [創る]

独創的な複合技術で総合エンジニアリング企業を目指す弊社の理念をフジコー技報『創る』に、物づくりの原点に立ち返り表現してみました。表紙は金属材料でアートする「創る人」の作品で飾りました。“独創的な技術開発”という弊社の開発理念をこの芸術作品に託し、メッセージといたします。

「協力の波」

この作品は、小田部 黄太(こたべ こうた)氏の作で平成9年に福岡県遠賀郡芦屋町の芦屋中学校に、創立50周年を記念するモニュメントとして制作したものです。

校章にある左右3本ずつの波頭をモチーフとし、ステンレスの鏡面とヘアラインを組み合わせた構成を、白御影石の割れ肌と磨きの台座にのせました。普段は鉄や真鍮、銅などを使った作品が多いのですが、時にはこのような屋外のステンレスのモニュメントなども作っていて楽しいものです。

作者紹介

小田部 黄太 (こたべ こうた)

1959年 東京生まれ 2歳より福岡市で育つ

1984年 東京藝術大学 美術学部 彫刻科卒業

以後、個展、グループ展を中心に金属彫刻の発表を行う。

福津市在住 福岡県美術協会会員、グループ女所属

現在、九州造形短期大学 美術科教授

目次

巻頭言	・産学連携について 九州工業大学 学長 下村 輝夫	1
随想	・アントレプレナー教育に携わって 大阪産業大学大学院工学研究科 教授 株式会社フジコー 顧問 九州工業大学 名誉教授 岸武 勝彦	3
技術解説	・金属疲労強度と水素の関係について 九州大学大学院 工学研究院 機械科学部門 教授 野口 博司	5
	・Javaによる統合シミュレーションとDBオンラインモデリング技術 早稲田大学大学院 情報生産システム研究科 教授 大貝 晴俊	7
	・表面複合化材料の密着強度評価の提案 九州工業大学 工学部 物質工学科 教授 恵良 秀則	15
技術論文	・CPC法で製造した厚板ホットレベラーロールの新材質特性 姜 孝京、園田 晃大、永吉 英昭	19
	・形鋼圧延ロールに適用した狭開先軸接合技術(第2報) 大野 京一郎、嵩 純孝、尾崎 龍宏	26
	・酸素、Airミキシング装置を用いたHVOF法溶射による高活性材料の皮膜特性 野村 大志郎、古田 博昭、樋口 友彦	32
	・高速フレイム溶射による光触媒用TiO ₂ 溶射皮膜の開発 樋口 友彦、野村 大志郎、古田 博昭	37
新製品・新技術	・熱延用、巻き取りロール CPC FKS-412 宮崎 裕之、尾崎 健一	44
	・表面処理技術を生かした転炉排ガス回収設備への事例(No.2) 篠原 政広	46
運営組織図		48
事業所・工場所在地		49

CONTENTS

Foreword

Teruo Shimomura 1

Memoir

Kastuhiko Kishitake 3

Commentary

·Relation between Metal Fatigue Strength and Hhydrogen

Hiroshi Noguchi 5

·Java-based Integrated Simulation and Large Scale Database-based Online Modeling Technology

Harutoshi Oogai 7

·Proposition for Valuation of Adhesion Strength in Materials to compound on Surface

Hidenori Era 15

Technical Paper

·New Materials Characteristics of Hot Leveler Roll Produced by CPC Process

19

·Narrow-Gap Shaft Welding Technology for Section Mill Roll Produced by CPC Process (No.2)

26

·Characteristic of the High-Activated Materials Coatings Produced by the HVOF Spraying with Oxygen and Air Mixing Equipment

32

·Development of Photocatalyst TiO₂ Film Produced by High-Velocity Thermal Oxygen Fuel Spraying

37

New Products, New Technology

·Coiler Roll for Hot Rolled Steel Plate, CPC FKS-412

44

·Example of Withdrawal Equipment for Exhaust Gas in Converter, Using Surface Modification

46

Organization

48

Address

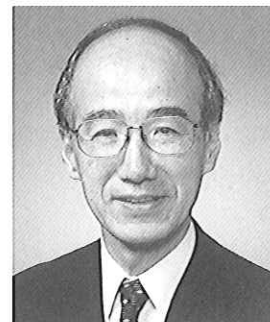
49

フジコー技報14号によせて

産学連携について

九州工業大学
学長

下村 輝夫
Teruo Shimomura



産学連携が叫ばれてから久しく、改めて言及する必要性がないように思われますが、そのスピードは想像以上に速いと感じられます。今日の産業メカニズムは、R&Dを核として、マテリアル—製造装置—デバイス—アプリケーション—ビジネスモデルが積層されています。地域産業と呼ぶ場合に、どの程度のエリアを指すかは別にして、拡大する世界経済ならびにグローバル社会の構造変化と強い相関を有するようになりました。すなわち、先進国の成長は鈍化し、BRICs等開発途上国の実質GDPは増加すると予測されています。先進国は少子高齢化、労働力人口の減少が進み、高度情報化・高コスト化社会へと変化しています。一方、途上国は先進国への急速なキャッチ・アップを図り、巨大な中産階級の出現により、大量生産・大量消費へと経済発展型社会へと移行しつつあります。併せて、原油高に象徴されるエネルギー問題が、大きくクローズアップされつつあります。

このような背景を踏まえて、自立的な地域経済開発が重要な位置付けとなりました。核となる価値の源泉は、他と差別化できる財産（アセット）です。「日本ものづくり大賞」に象徴されるオンリーワンの技術やコンテンツと言えるかも知れません。さらに、利用可能な技術、適用可能なスキルを有した人材、良好なコミュニケーション等のソフト・インフラを有機的連携に活かしたクラスターが求められます。

技術ベースを地域経済開発とする試みは、米国のベン・フランクリン・プログラムやエジソン・プログラムが有名です。これらのプログラムの目的は、地域の企業、地域の大学・研究機関を核とした地域経済開発により、付加価値の高い産業を育成、集積し、質の高い雇用確保にあります。知の価値を事業の価値に変換するためには、革新性や卓越性と言った「技術/知識の価値」がマーケットで評価されることが不可欠です。地域資源の活用とともに出口戦略が要求されます。

北九州市と福岡市における東証一部上場企業数は、合計70社のうち製造業は12社です。東京大田区や東大阪市、京都市、浜松市等と比較すると、製造業の比率は必ずしも高くありません。産業クラスターは、親企業に連なる関連企業の数と質によって決まる訳ですから、新しい価値創造の多様な産学連携モデルを構築することが求められます。俳諧の聖人と言われる松尾芭蕉の言葉に「不易流行」があります。変えてはいけぬ基礎の部分と絶えず革新性を追い求めねばならない部分のバランスの重要性を示唆した言葉ですが、産学連携の理想を表現した言葉であるとも言えます。「独創的な技術開発」を開発理念とされ、「不易流行」を実践されている株式会社フジコーの更なるご発展を祈念申し上げます。

【略 歴 書】

しもむら てるお
下 村 輝 夫

昭和20年 2月14日生

【学歴】

九州工業大学工学部第一部電気工学科 昭和44年3月卒業

九州工業大学大学院工学研究科修士課程電気工学専攻 昭和46年3月修了

【学位】

工学博士（東京工業大学） 昭和54年

【専攻分野】

応用光学、計測工学

【職歴】

昭和46年 4月 九州芸術工科大学芸術工学部助手

昭和58年 4月 九州工業大学工学部講師

昭和59年 4月 九州工業大学工学部助教授

昭和62年 8月 九州工業大学工学部教授

平成 5年 5月 九州工業大学地域共同研究センター長 （平成7年5月まで）

平成 8年10月 九州工業大学評議員 （平成12年4月まで）

平成10年10月 九州工業大学工学部長 （平成12年9月まで）

平成14年10月 九州工業大学工学部長 （平成15年9月まで）

平成15年10月 九州工業大学学長

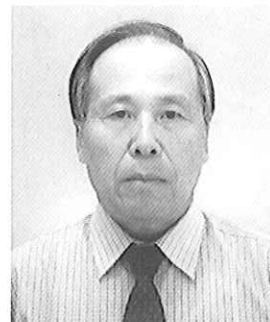
現在に至る

フジコー技報14号によせて

大阪産業大学大学院工学研究科 教授
株式会社フジコー 顧問
九州工業大学 名誉教授

アントレプレナー教育に携わって

岸武 勝彦
Kastuhiko Kishitake



昨年3月九州工業大学を定年退職となり、4月から大阪の私立大学に新設された「アントレプレナー専攻」の教員として、起業家育成の教育に係わっている。30年ぶりの大阪勤めであるが、本拠は北九州のまま大阪に通う生活をしている。アントレプレナー専攻は学部に基づかない独立専攻であり、PBL学習を中核に据えた特色ある教育をしているが、試行錯誤しながら2年半を経過して、私の予想をはるかに超えた成果を上げている。当専攻の手法は企業における新製品開発にも一脈通じる場所があると思ひ、紹介を兼ねて感じたことを述べてみたい。

18歳人口の急激な減少に対応するため、私立大学では生き残りをかけて特色ある大学への発展をめざしている。本学のアントレプレナー専攻は、中小製造業の集積地として知られている大阪東部に位置する地の利を生かして、「ものづくり」を通してMOT (Management of Technology) 教育を行い、「経営の分かる起業家精神にあふれる技術者」の育成を目的として設置されたものである。本専攻のキャッチフレーズは「社長を育てる」であり、その目指す人物像は製品を開発し、技術系ベンチャービジネスを実践できる企業家である。教育方法は2年間の修学期間を通して、PBL (Project-Based Learning) すなわち具体的課題設定型学習を柱としたカリキュラムを展開している。

PBLは欧米の有名大学で取り入れられ、大きな成果を上げている実践的教育システムである。その発想の原点は「起業家として求められる様々な知識や能力は、座学を中心とした講義・演習で身につけることは不可能」という認識である。そこでPBLでは「実際にやってみることを重視し、具体的な課題を設定して新製品開発を進めることによって、実践的な知識とスキルを身につけ、また創造性や自己学習能力も習得でき、さらに体験を通じて起業に向けた動機付けを行うことも可能になる。日本でも数年前から、いくつかの大学で試みられているが、私の知る限りでは目立った成果は得られていないの

が実情である。私はPBL教育について十分理解していなかったこともあり、その効果について、さほど期待を抱いていなかった。

アントレプレナー専攻の学生定員は10名であり、教育スタッフは8名の専攻教員と製品開発経験のある企業退職者や、産業界の幅広い分野から20数名の客員教授からなり、学生の様々な要望にも個人的対応が可能な陣容である。私の知るところではないが、経営的には大幅赤字であろう。一期生志願者は15人であった。定員オーバーであるが、来る者は拒まずということで、全員合格となった。学生の年齢層は学部新卒の20代から71歳の校長経験者まで各年代の社会人がおり、また3名の留学生が含まれて実に多様性に富んだ構成である。仕事を持った社会人が約半数を占めており、そのうち3名は中小企業の若い経営者である。経営者の入学は専攻としては想定外であったが、面接試験で「専攻案内に社長を育てると謳ってあるではないか、社長である私を育ててほしい」という志望動機であった。このような学生構成は教員にとっても、また若い学生にとっても刺激的であり、結果としてアントレプレナー教育がかなりの成果を上げることに大きく貢献した。

4月入学早々まず企業での人材育成教育に実績のある客員教授と起業を推進している客員教授により、それぞれ2日間アントレプレナー入門の集中講義が行われた。これにより目的意識の確立と起業に対する強い動機付けがなされて、漫然と入学した新卒の学生も目の輝きが変わっていった。その後15人の学生を3~4名の4グループに分けて1年間のPBLが始まった。専攻教員とグループのコーチとなる客員教授は、周到な準備を行い、私は「圧力センサーを使った商品開発」の担当となった。コーチとして大企業で農業機械の開発と社員教育をしてきた退職技術者が直接指導(相談相手)に当たった。このコーチは先に教えることはしないで、学生のやる気をおこさせるのが上手で、教育者としての能力の高さに驚かされた。PBLの時間として全員集合

するのは週2回であり、その他の日は学生だけまたは個人学習の日当てられているが、2・3か月すると積極的に自ら課題解決のため自己学習と実験をするようになり、1年後には特許出願まで漕ぎ着けた。1年間の学生の成長ぶりには目を見張るものがあり、私のPBLに対する見方も変わり、またやる気を引き出せば、学生の潜在能力がこれ程発揮されるものかと認識を新たにした。このコーチばかりでなく、他の企業退職客員教授の授業を聴講し、また教育についての雑談を通して、彼らの多くは教育に対する情熱が平均的の大学教員より数段勝っているということが理解できた。大学教員は往々にして、自分の授業を理解しないのは学生の能力や勉強不足の所為にするが、企業経験者は教える側に問題があると認識して責任転嫁しない。企業退職客員教授との交わりは教育を本業としてきた私にとって、カルチャーショックに近いものがあり、学力偏差値では本学と比較して、かなり高い学生を集めている国立大学で教員をしていたころ、私の教育は創意工夫がまったく足りなかったと、遅きに失した感はあるが自省している。

2年次になると、個人単位でプロジェクト研究を行い、修士論文を仕上げる。プロジェクト研究としては、(1) 1年次のPBLを継続して、ベンチャービジネス(VB)につなげる。(2) 新たなVBを目指してビジネスプランを構築して実践する。(3) インターンシップなど産学連携して研究をする等があり、起業のための具体的ノウハウを学んだり、製造業での研究を通して、実社会を経験する。このプロジェクト研究では、多くの客員教授によるきめ細かい指導と支援を仰ぐことになる。例えばVBプランの構築と実践には、ベンチャー学会の幹部、公認会計士、税理士、マーケティング専門家、起業経験者など多彩な客員教授が適宜指導に当たる。こうして一期生15名のうち4名が在学中にVBを立ち上げた。15名のうち3名はすでに経営者であるので、12名中4名の起業はアントレプレナーとしても成功と言っていだろう。これらのVBについて簡単に紹介しよう。

・M君：大粒径排水性アスファルト舗装の施工と技術開発。本学の研究シーズを用いたVBである。自治体での施工テストの結果、騒音低下の副次的効果が注目され、大手建設会社からの引き合いもあり、将来大学への利益還元が期待されている。

・H君：企画提案型印刷業。73歳の起業ということで注目を集めた。デザインスタッフを抱えて、広告等の企画から、デザインまで行う印刷業である。本学のPR冊子印刷を優先的に受注し、滑り出しは順調である。

・O君：銀イオン水の開発と商品化ビジネス。ア

ントレプレナー専攻教員の燃焼合成に関するシーズを用いたVBである。銀分散セラミックペレットを使って、消臭、抗菌作用を有するAgイオン水の製造と販売を目的とした企業であるが、最近大手競合会社の出現で苦戦している模様である。

・S君：Ecotourism、滞在型リゾート開発。ウランバートル大学経済学部卒の留学生によるVBである。モンゴル国会議員から頼まれて入学させたので、私が担当教員となったが、新産業創出機構の客員教授とマーケティング調査専門の客員教授の熱心な支援(モンゴルまで調査に同行した)により、大草原に宿泊用ゲルと散策用の馬を有する滞在型リゾートを建設し、モンゴル建国800年祭に合わせて、今夏営業開始した。来夏には経過を見るために訪問したいと考えている。

・T君：業務用電気二輪車の開発。中規模金属加工会社との産学連携で、新しい事業として、業務用電気二輪車の開発研究を行い、卒業後そこに就職しているので、VBではないが、企業内VBと言えるだろう。彼の場合は多くのVBを支援してきた客員教授が指導に当たり、学生を連れて中国まで調査に行き、半製品を輸入して騒音のない新聞配達用に特化した電気二輪車の実用化に向けて開発を継続している。

これらのVBは大学発ベンチャービジネスとして認定され、卒業後も大学およびアントレプレナー専攻がアフターフォローして支援することになっている。

私は昨年から株式会社フジコーの技術開発センターとの係わりを持ち、またアントレプレナー専攻の教員をして、当センターとアントレプレナー専攻の教育がよく似ていると感じることがある。当センターのスタッフは各自大きな具体的目標を掲げ、一人であるいはチームで、それぞれ複数のプロジェクトを実践しており、しかも期日を定めてかなりの実績を出していることに敬服するばかりである。これは正にアントレプレナー専攻が目指している高い目標である。アントレプレナーの成果は、前述したように多くの優れた外部客員教授の熱心な指導によるところが大きい。当技術開発センターが立派に機能している要因を考えると、スタッフの資質の高さによるところも大きい。センター長の先を見据えた先見性と、決してあきらめない精神力、さらに各自の能力を最大限に引き出すコーチとしての才能によるものと思われる。私は今このような人達と共に開発研究に携われることに喜びを感じている。CPCの発明をはじめとして、まったく新しい発想による新技術の開発を続けているフジコーの伝統は脈々と受け継がれており、近い将来、新たな柱となる新規事業が開花することを確信し、楽しみにしている。

金属疲労強度と水素の関係について

九州大学大学院工学研究院
機械科学部門 教授

野口 博司
Hiroshi Noguchi



1. 緒言

水素は環境保全およびエネルギー安定供給などの観点から大きな期待が寄せられており、水素燃料は近い将来に様々な分野で利用されることが予想される。しかしながら現段階では、水素を安全に取り扱うための技術が十分確立しているとは言い難い。問題点の一つとして、水素が金属材料に固溶して、その強度を低下させる場合のあることが知られている。このことは古くから知られている現象ではあるが、そのメカニズムが十分に明らかになっていないこともあり、水素環境下の強度評価法は、十分に確立されていない。燃料電池車をはじめとする水素を充填した輸送機器の安全性を、長期間保証するためには、材料の疲労強度に及ぼす水素の影響を明らかにすることが不可欠である。

ところでオーステナイト系ステンレス鋼は、耐水素性に優れた材料として、水素を利用する装置や機器などに広く利用されてきた材料であるが、水素陰極チャージや高温高圧水素雰囲気での脆化が報告されるなど、水素環境下における強度の安全性が課題となってきた。本稿ではオーステナイト系ステンレス鋼の代表である SUS 304 鋼の水素雰囲気における疲労特性の調査を通じて、金属疲労特性に及ぼす水素の影響について考察したい。

2. 試験結果

2.1 疲労寿命

水素が材料の疲労寿命に及ぼす影響を調べるために、大気中および水素中において疲労試験を行った。図1に全ひずみ幅 $\Delta \epsilon_t$ と破断寿命曲線 N_f の関係を示す。長寿命域では、水素中の方が大気中比べて寿命が長い傾向にあるが、水素の影響は明確には認められない。水素の影響を明確にするためには、さらに詳細な検討が必要と思われる。

2.2 疲労き裂の発生寿命と伝ば寿命

本節では、疲労過程を疲労き裂発生過程と、疲労き裂過程に分けて、水素雰囲気の影響を評価する。そのために大気中、水素中および窒素中において、その場の観察を行いながら、疲労試験を行った。図

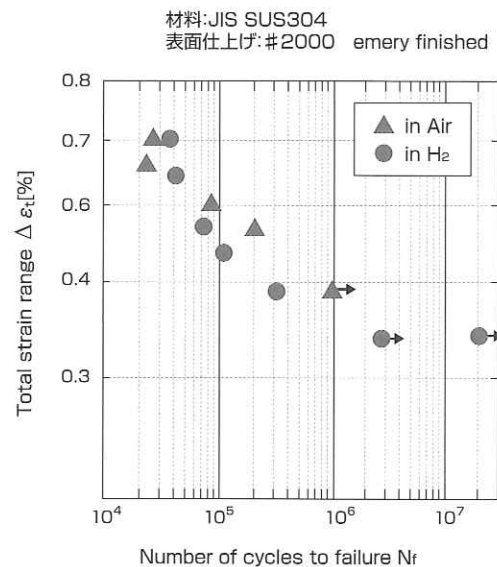


図1 大気中と水素中における全ひずみ幅 $\Delta \epsilon_t$ と破断寿命 N_f の関係

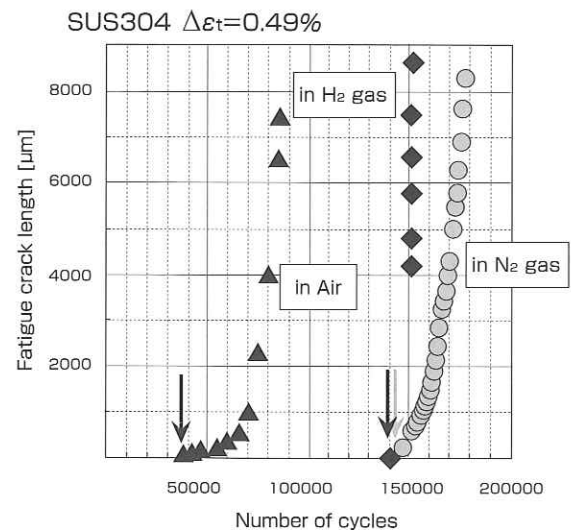


図2 負荷繰返し数と疲労き裂長さの関係の環境間相違

2は、疲労き裂発生までの繰返し数と、その後の伝ば過程を表すグラフである（負荷条件は3環境とも

に $\Delta \epsilon = 0.49\%$)。水素中における疲労き裂発生寿命は、大気中より長くて、窒素中と同程度であることから、水素中では大気中と比較して、無酸素・無水蒸気であることによって、疲労き裂発生寿命が長くなったことが分かる。

一方で、疲労き裂伝ば速度の環境間の違いは、図3より分かる。この図は塑性ひずみ幅 $\Delta \epsilon_p = 0.15\%$ の条件下における疲労き裂伝ば速度 dl/dN と、疲労き裂長さ l の関係を示している。大気中と窒素中における疲労き裂伝ば速度は同程度であり、水素中におけるそれらの環境と比較して、伝ば速度は高い。雰囲気中に存在する水素によって、疲労き裂伝ば速度が加速していることが分かる。また以上の結果より、疲労き裂発生と疲労き裂伝ばの過程では、異なる水素雰囲気の影響が存在するため、疲労特性に及ぼす水素ガス雰囲気の影響は、それぞれの過程に分けて考える必要のあることが分かる。

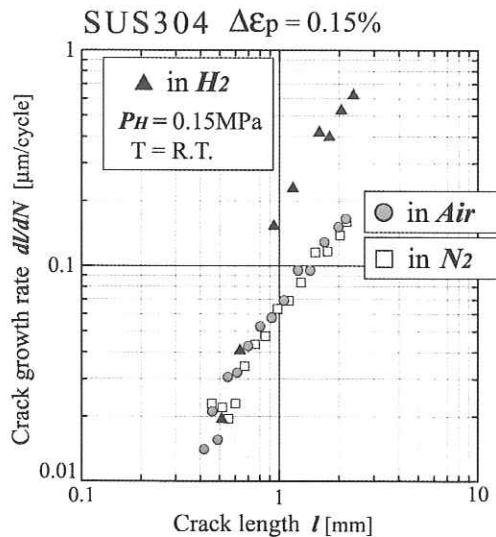


図3 環境間における疲労き裂伝ば速度 dl/dN の相違

2.3 疲労き裂伝ば加速のメカニズム

本節では、水素による疲労き裂伝ば加速のメカニズムについて述べる。図4は、大気中と水素中における疲労き裂伝ば速度が等しい条件下での両環境における1サイクル内の疲労き裂開口変位幅を示している。疲労き裂伝ば速度が等しいとき、疲労き裂先端での開口変位 (CTOD) は、両環境でほぼ等しいが、疲労き裂後方の開き方が異なっており、水素中では大気中と比較して、き裂後方での開口変位幅が小さい。このことは、水素により塑性変形が、疲労き裂先端近傍へ集中しやすくなることを示している。この変化は、水素が塑性変形量そのものが変化していることを示唆するものではない。

しかしながら、これは変形の総量のうち、疲労き裂伝ばに寄与する、き裂先端部での変形量の割合を大きくするために、疲労き裂伝ば速度を高める原因となる。なおこの議論は、疲労き裂伝ばのメカニズ

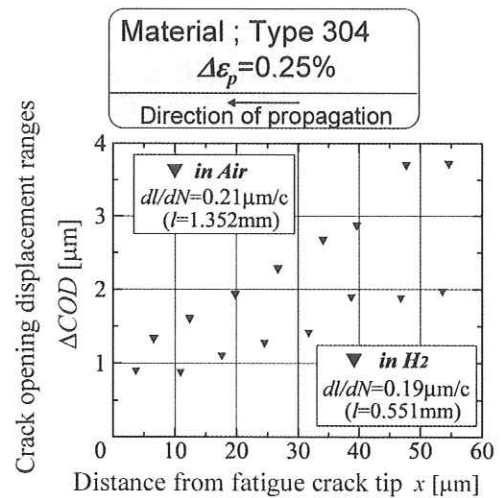
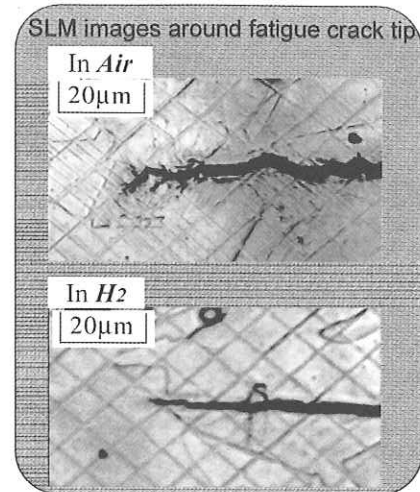


図4 大気中と水素中の疲労き裂開口形状の相違

ムそのものが、大気中と水素中で、ほぼ変わらないことを前提としたものであるが、通常の疲労き裂伝ば機構 (すべり面分離機構) が、水素中においても成立することについて、疲労き裂先端近傍のすべり挙動の詳細な観察により明らかにしている¹⁾。

最後に紙面の都合上、前節で述べた水素中で疲労き裂発生寿命が長くなった原因のメカニズムに関する記述は見送ったが、興味を持っていただけた方は、以下の文献を参照していただければ幸甚である²⁾。

1) Y. Oda and H. Noguchi, Observation of Hydrogen Effects on Fatigue Crack Growth Behaviour in an 18Cr-3Ni Austenitic Stainless Steel, International Journal of Fracture, 132 - 2 (2005), 99 - 113.

2) Y. Aoki, K. Kawamoto, Y. Oda, H. Noguchi and K. Higashida, Fatigue Characteristics of a Type 304 Austenitic Stainless Steel in Hydrogen Gas Environment, International Journal of Fracture, 133 - 3 (2005), 277 - 288.

Javaによる統合シミュレーションとDBオンラインモデリング技術

早稲田大学大学院
情報生産システム研究科
教授

大貝 晴俊
Harutoshi Oogai



1. はじめに

Java技術によって統合した大規模シミュレーション技術と、データベースを利用したオンラインモデリング技術について、高炉を例に紹介する。

高炉プロセスは、大量の溶銑を安価に供給するため大型化が進められ、現在では1日の生産量が1万トンを超えている。またその原燃料は、良質な原燃料の枯渇から、従来と比較して品質が低下しており、操業にとって好ましくない品質の原燃料を使用せざるを得ない場合が生じている。このため以前よりも、操業の不調が増加しており、高炉操業を予測し、現場の操業を支援するシステムの開発が求められている。

高炉のシミュレーション技術として、これまで各種の物理モデル¹⁾⁻⁷⁾が開発されてきた。過去に構築されたモデルの中には、計算機性能の制約により、部分モデルとして構築され、現在は十分に利用されていない有効なモデルが多く存在する。そこで既存の完成されている部分モデルや、新たに開発するモデルを組み合わせ統合することで、高炉の大規模なシミュレータすなわち高炉統合シミュレータを構築する。この場合、最初からシミュレータを構築するよりも少ない労力で、大規模かつ複雑なシミュレーションを行うことが可能となる。しかし異なるコンピュータ環境（プラットフォーム）に存在するシミュレータや異なるプログラム言語で記述されたシミュレータの統合は、シミュレータ間の互換性が弱いため一般的に困難である。そこでこのような統合を実現するために、JavaのRMI⁸⁾⁻¹⁰⁾ (Remote Method Invocation)と、JNI⁸⁾⁻¹¹⁾ (Java Native Interface)の技術を利用することで解決する。

次に近年の計算機ハードウェアや、データベースシステム技術の発展に伴って、大量データの蓄積と、高速検索が可能となったこと等を背景に、"Just-In-Time (以後、JITと略す) モデリング"¹⁷⁾⁻¹⁸⁾あるいは"Lazy Learning"¹⁹⁾⁻²⁰⁾と呼ばれる新しい考え方の局所的なモデリング手法が注目を集めている。これらは、幅広い動作範囲において観測したデータを、そのままデータベースとして蓄積しておき、システムの予測等の必要が生じる都度、入力である"要求点(Query)"に、関連性の高いデータをデータベー

スから、"近傍"データとして検索し、検索したデータの出力を補間する局所モデルを構成して、"要求点"の出力を得るモデリング手法である。局所モデルを都度廃棄して、観測データの更なる蓄積に対応していく点に特徴を有する考え方である。定性推論の分野における事例ベース推論²¹⁾も、同様の考え方に基づいている。

JITモデリングにおける課題は、"要求点"に類似した"近傍"データセットを検索するために、全ての観測データについて、"要求点"との距離を求めて順序付ける処理を、システムの予測等を実施する都度に行うしなければならないという点にある。例えば高炉は、物理現象が複雑かつ非線形性が強いプロセス（システム）であるため、既に数多くの観測データ点が設置されており、観測データ変数を位相（時間）空間まで拡張して、大規模なデータベースを構築しようとする場合、計算負荷が非常に大きくなり、オンライン適用が困難となる。

そこで大規模なデータベースにJITモデリングをオンラインで適用するにあたり、このような問題を回避して、実用となる手法を説明する。

本手法は、①ステップワイズ法を応用して、観測データ変数の位相を含めた膨大な変数の中からシステムの出力に寄与する変数を選択して、ノイズとなる変数を積極的に削除し、②選択された変数で構成される多次元位相空間の観測データセットを量子化した検索用データベースに格納しておき、③"要求点"の"近傍"データセットを量子化された検索用データベース上で量子単位での検索を行うことで、検索の効率化と計算負荷の大幅な低減を図り、④検索した"近傍"データセットの出力を補間する局所モデルを用いて、"要求点"の出力を推定する手法である。このとき、局所モデルは都度廃棄して、観測データの更なる蓄積に備え、対象システムの経時的な特性変化に対応していく点は、JITモデリングと同じである。

この手法を"大規模データベースオンラインモデリング (LOM: Large scale database-based Online Modeling)"と呼び、本手法の有効性を検証するために、高炉への応用事例を説明する。

2. 高炉プロセスとJavaによるシミュレータ統合技術

2.1 高炉プロセス

高炉は、溶けた銑鉄を製造するための巨大な反応器で、炉内に気相、液相、固相の3相が共存し、それらが、相互に影響を及ぼし合う複雑さをもったプロセスである。銑鉄は原料である鉄鉱石とコークスを上部の炉頂から、交互かつ層状に装入し、高炉下部の羽口から高温の熱風を吹き込み、コークスを燃焼させ、燃焼で発生する高温の還元ガスによって、鉄鉱石中の酸化鉄を、還元・溶解して製造される。このように高炉は、ガスと固体間で、熱交換と還元反応を行いながら、固体は下降し、気体は上昇する向流移動層型反応器であり、熱の供給およびガスの通気、固体の荷下がりの三つが円滑に行われることが、操業において重要な要素である。

またこの反応器は、Fig.1¹⁾に示すように、徳利型の形状をした容器で、炉口部、炉胸(シャフト)部、炉腹(ベリー)部、朝顔(ボッシュ)部、炉床部の五つの部分から構成され、炉胸部と朝顔部の二つは、円錐台形、炉口部と炉腹部、炉床部の三つは、円柱形の形状である。

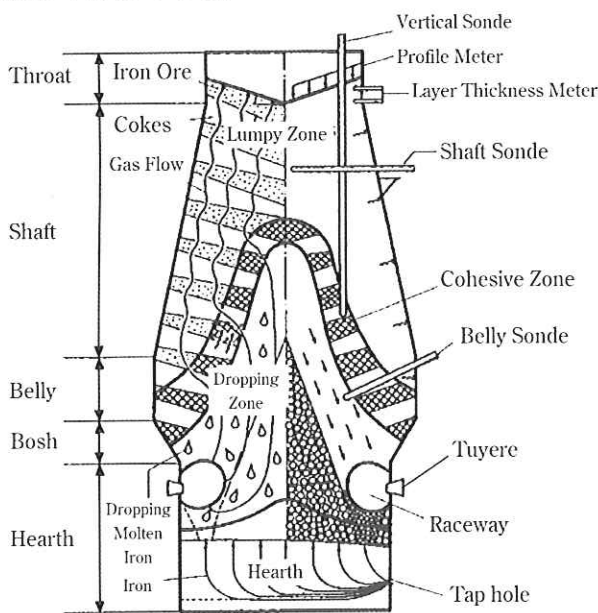


Fig.1 Outline of a blast furnace process

2.2 Javaによるシミュレータ統合技術

高炉の部分シミュレータを統合するにあたり、JavaのRMIとJNIの技術を用いた。またJavaからFortranの変数にアクセスするために開発されたツール、Jni4FCB⁸⁾について説明する。

・RMI (Remote Method Invocation)

RMI⁹⁾⁻¹⁰⁾はJavaの環境で分散オブジェクトを利用できる仕組みを提供する。分散オブジェクトとは、ネットワーク上に分散して配置されたオブジェクトのことであり、複数のコンピュータ上にある分散オブジェクトを利用して、一つのアプリケーションを分散アプリケーションとして実行することができる。

・JNI (Java Native Interface)

JNI^{8),11)}とはJavaプログラムからCやC++、Fortranなどから生成されたネイティブコード(CPU依存コード)を実行するための仕組みであり、Javaの他言語インターフェースである。JNIはネイティブコード内で以下のことが実行可能である。

・Jni4FCB (JNI for Fortran Common Block)

Jni4FCB⁸⁾とはJavaからFortranのCommon Blockの変数に、アクセスを可能にするインターフェイスプログラム生成ツールである。このアクセスの仕組みの概念図をFig.2に示す。JavaからJNIを利用して、Cの関数を呼び出すことで、FortranのCommon Blockの変数にアクセスする。Jni4FCBは、JavaからFortranにアクセスするために必要なプログラム(Fig.2の例では、RabitFCB.java, RabitFCB.c)を自動的に生成する。

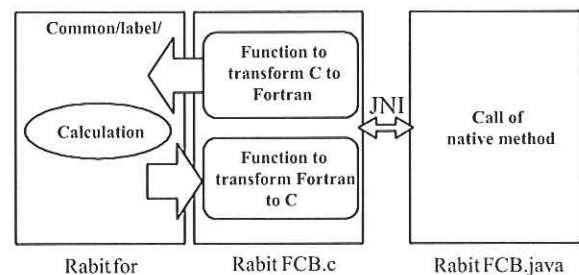


Fig.2 Basic concept of the mechanism accessing Fortran from Java

3. Javaによる高炉統合シミュレータ²⁸⁾

高炉の大規模かつ複雑なシミュレーションを行うために、既存の完成されている高炉の部分シミュレータを有効に活用し、それらをJavaで統合して、高炉統合シミュレータを構築した。統合を行った高炉の部分シミュレータは、RABIT^{6),7),15)}モデルとBRIGHT^{1),3)}モデルであり、RABITモデルは高炉の装入物分布を計算するモデル、BRIGHTモデルは高炉の炉内現象を計算するモデルである。

ここで複数の部分シミュレータをJavaで統合するために、2.2節で述べたJavaのRMIとJNI、Jni4FCBを応用した。RMIとJNIを用いたRABITとBRIGHTのシミュレータ統合の概略図を、Fig.3に示す。RMIは異なるコンピュータ環境にある部分シミュレータの統合を可能にし、JNIはFortran言語で記述された部分シミュレータの統合を可能にする。Jni4FCBは、CやJavaのインターフェースを生成する。またRABITモデルの計算結果を、BRIGHTモデルが利用する形式をしている。

3.1 RABITモデルの概要

RABIT^{6),7),15)}モデルは、炉内のガス流れおよび高炉の装入物の落下・堆積過程、鉱石によるコークス層崩れの現象などが考慮された高炉の装入物分布モデルである(Fig.4¹⁵⁾)。

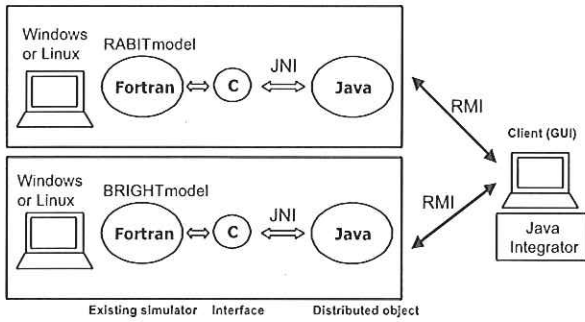


Fig.3 Overview of integrating BRIGHT model and RABIT model

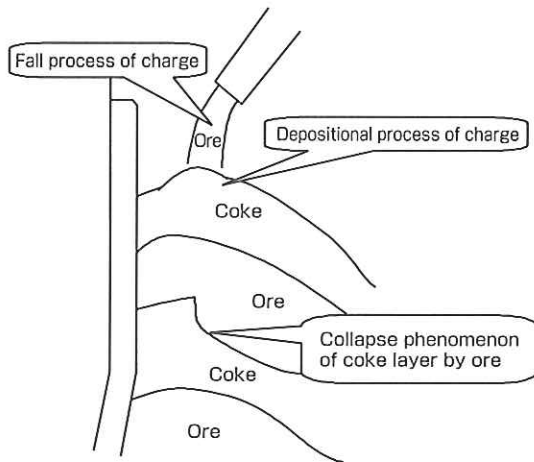


Fig.4 Burden distribution model

3.2 BRIGHTモデルの概要

BRIGHT^{1),3)}モデルは、高炉の炉内現象を計算する2次元数式モデルである。BRIGHTモデルは、Fig.5^{1),16)}に示すように、装入物分布モデル、ガス流れモデル、固体流れモデル、化学反応モデル、伝熱モデルの5つのサブモデルと、これらを統合し、融着帯形状を推定するモデルで構成される。

3.3 高炉統合シミュレータの実行の流れ

Javaによる高炉統合シミュレータは、BRIGHTモデルと、RABITモデルが同じコンピュータ環境で動作可能である場合は、計算機1台のみで構成できる。その場合には、JNIのみを用いて実行でき、処理フローをFig.6に示す。

まずJavaのメインメソッドから、RABITの計算に必要な入力情報を引数として、JNIを利用し、Cコードを介して、FortranのRABITが計算される。続いてそのRABITの計算結果と、BRIGHTの計算に必要な入力情報を引数として、同様にFortranのBRIGHTが計算され、BRIGHTの計算結果がJavaのメインメソッドに返される。その後計算結果は、データベースに格納される。ここではRABITの計算結果を、BRIGHTが利用する形となっている。また入力情報は、高炉設備諸元や操作条件（コークス比、送风量、微粉炭吹き込み量など）であり、BRIGHTとRABITのそれぞれのモデルに、Javaから与えている。出力情報は固体温度、ガス温度、固体圧力、ガス圧力、出銑量などである。

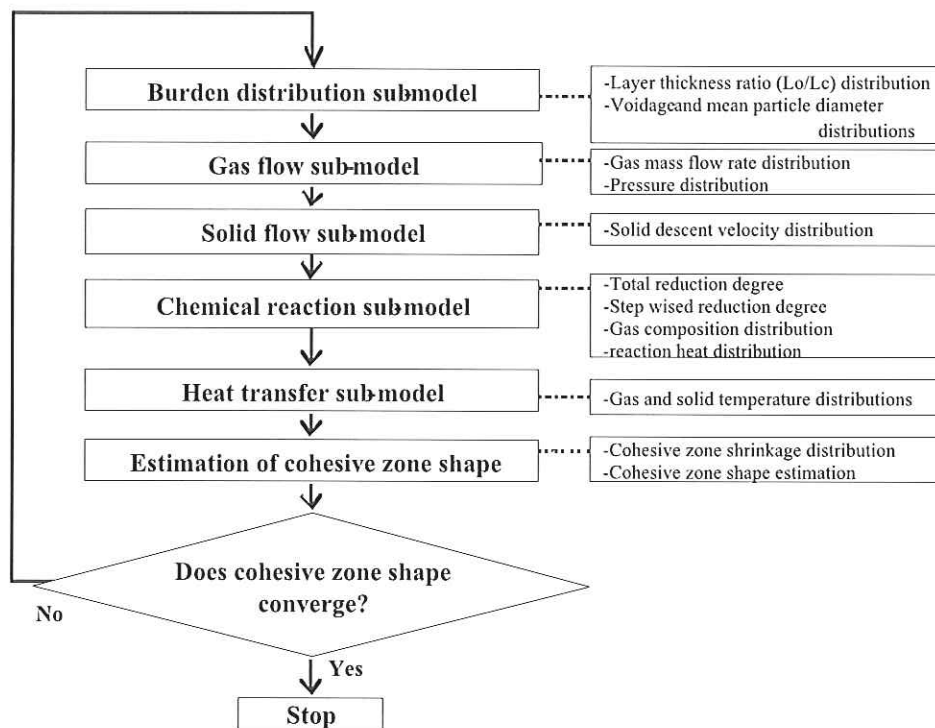


Fig.5 Configuration of BRIGHT model

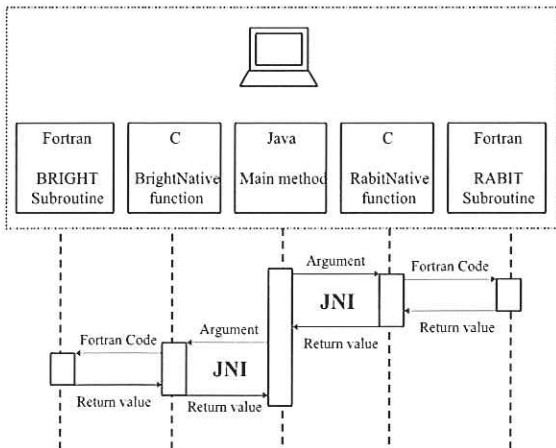


Fig.6 Process flow of the integrating simulator by using JNI

3.4 シミュレータ計算結果と実測データの統合可視化

高炉統合シミュレータの計算結果を、実績データとともに可視化の画面をFig.7に示す。Fig.7の左側のコンタ図は、高炉統合シミュレータの計算結果を高炉の半径方向の断面図として、圧力や温度などをその値に応じて、異なる色と等値線で示したものである。ここでは固体温度とガス圧力の炉内分布を示している。

下のコンタ図¹³⁾は、高炉設備上で計測される実測データの空間的分布特性を画像情報で示している。このコンタ図は、各計測センサの実測データを、そのセンサの3次元設置位置情報と正確に対応させて、炉高方向と炉周方向の2次元平面上に射影し、圧力や温度などを、その値に応じて異なる色と等値線で示したものである。

さらに中央のグラフは、画像情報化された実測データと、計算結果の両者を統合表示している。縦軸に高炉の高さと、横軸に圧力や温度の大きさを示す。

4. Just-In-Timeモデリング¹⁷⁾¹⁸⁾

大規模データベースオンラインモデリング(LOM)の基本的な概念となるJITモデリングを、以下に簡単に説明する。

対象とするシステムは、非線形で動的なシステムであり、次式のような回帰式モデルで与えられるとする。

$$y(t+p)=f(y(t),y(t-1),\dots,y(t-ny), u(t-d),u(t-d-1),\dots,u(t-d-nu)) \quad (1)$$

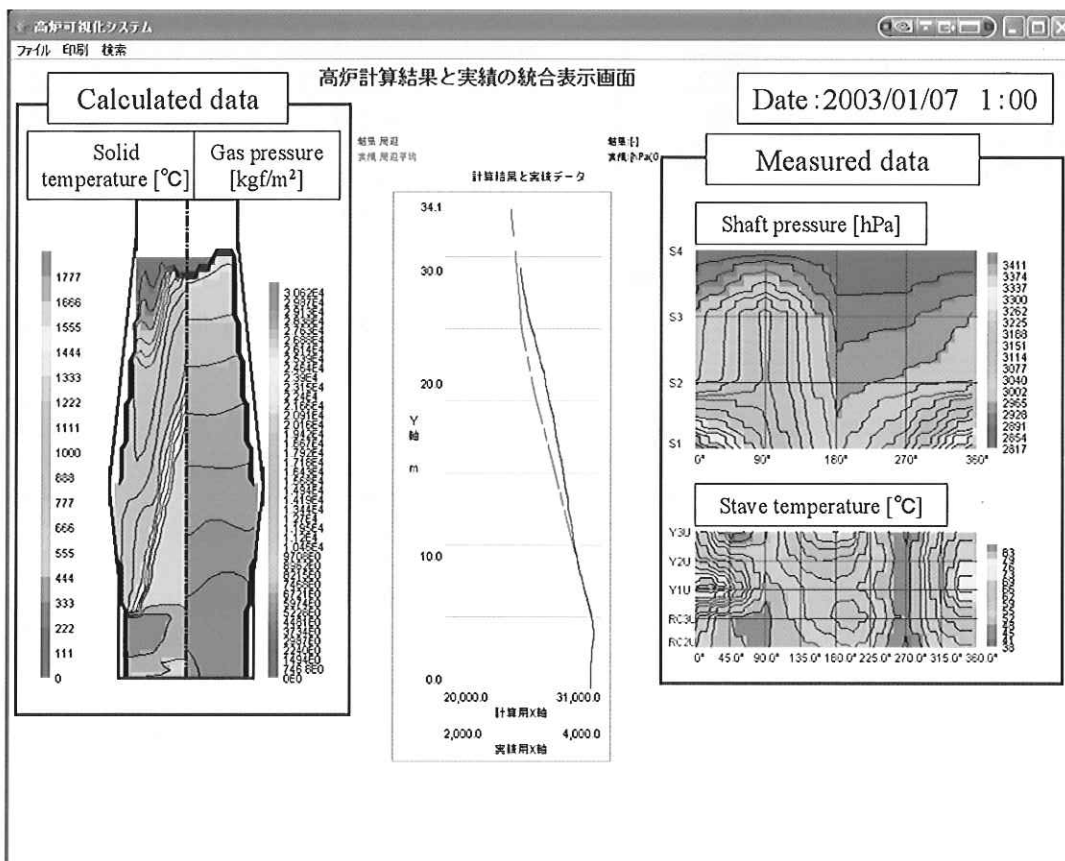


Fig.7 Image panel of the integrated visualization system

ここで

- $u(t)$: 時刻 t におけるシステムの制御入力ベクトル
- $y(t)$: 時刻 t におけるシステムの観測出力ベクトル
- n_u : 制御入力ベクトルの次数
- n_y : 観測出力ベクトルの次数
- p : 予測時間
- d : むだ時間
- f : 未知の非線形関数

である。ここでシステムの入力ベクトル x^k と、出力ベクトル y^k を、式(2)、式(3)のように再定義すると、

$$y^k = y(k+p) \quad (2)$$

$$x^k = \{y(k), y(k-1), \dots, y(k-n_y), u(k-d), u(k-d-1), \dots, u(k-d-n_u)\} \quad (3)$$

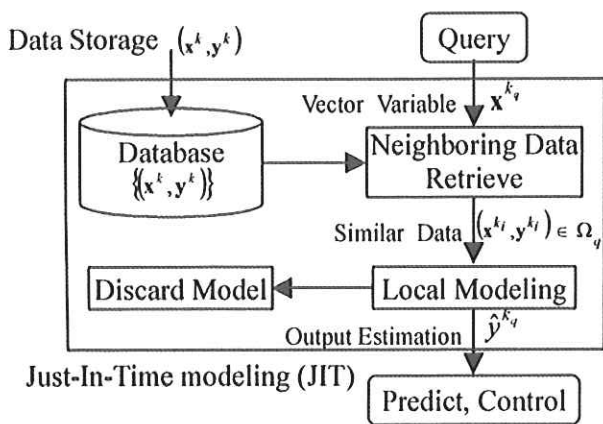


Fig.8 Just-In-Time modeling.

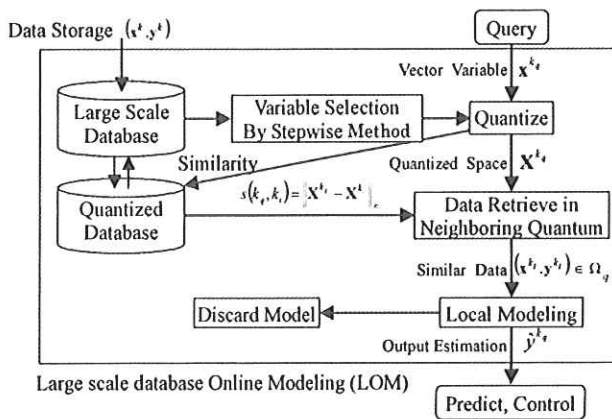


Fig.9 Large scale database-based Online Modeling.

時間の推移に伴い、入力ベクトル x^k と出力ベクトル y^k のデータセットが、 (x^1, y^1) 、 (x^2, y^2) 、 \dots の如く、対象とするシステムから大量に得られ、データ集合 $\{(x^k, y^k)\}$ 、 $(k=1, 2, \dots)$ として、データベースに蓄積される。 k は離散化時間である。このとき JITモデリングは、予測や制御の要求の都度、蓄積

されているデータ集合 $\{(x^k, y^k)\}$ から、非線形関数 f を求めることに相当する。

例えば、システムの予測が必要となったとき、システムの現在の状態 $\{(x^{k_q}, y^{k_q})\}$ を"要求点(Query)"とし、"要求点"に類似した"近傍"のデータセット $\{(x^{k_i}, y^{k_i})\}$ ($k_i < k_q$)が、過去に観測されてデータ集合に存在すれば、現在のシステムの時間的发展を記述する(すなわち予測する)非線形関数 f^{k_q} は、過去の非線形関数 f^{k_i} と似たものになるとする考え方である。"近傍"データセットが複数存在すれば、これらのデータセットの出力 y^{k_i} を補間する局所モデルを用い、システムの出力 y^{k_q} を予測する。

予測後その都度、局所モデルは廃棄され、観測データが新たに蓄積されて、データ集合 $\{(x^k, y^k)\}$ が更新されていくことで、対象プロセスの経時的な特性変化が次回予測等に反映される (Fig.8)。

5. 大規模データベースオンラインモデリング(LOM)²⁹⁾

大規模データベースオンラインモデリング(LOM)は、JITモデリングを実プロセスの多次元位相空間に適用するにあたり、ステップワイズ法による多次元位相空間の低次元化と、低次元化した多次元位相空間の量子化による近傍検索の効率化と、要求の都度生成し、使用后廃棄される局所モデルで構成される (Fig.9)。

5.1 ステップワイズ法による多次元位相空間の低次元化

ステップワイズ法は回帰式モデルにおいて、できるだけ入力変数の数を少なくし、かつ観測値と予測値の差の平方和(残差平方和)が実用に耐え得るほど小さいものとするために、ある検定基準を設けて入力変数の追加、除去を行う方法である²⁷⁾。

高炉の場合、観測データの測定項目自体が膨大な数であり、位相変数まで考慮すると、極めて大きな次元数の多次元空間を取扱わなければならない。

5.2 多次元位相空間の量子化と"近傍"の検索

LOMでは、大規模かつ大量データをオンラインで高速に扱うことを実現するため、多次元位相空間上の観測データを、量子化された検索用データベースに格納しておき、この量子化データベース上で"要求点"の"近傍"データセットを、量子単位で検索することによって、検索の効率化と計算負荷の大幅な低減を図る。

量子化を導入することにより、要求点と検索点との相類似度 s は離散値となり、"近傍"を検索するには、まず"要求点"を含む同一量子、隣の量子、 \dots 、というように、量子化データベース上で、単純かつ効率的に検索することができる (Fig.10)。

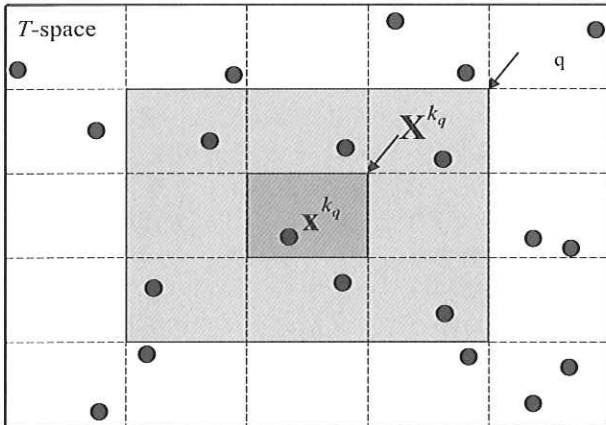


Fig.10 Neighboring quantized space of query.

5.3 局所モデル

"要求点"ベクトル x^{k_q} が与えられたとき、"要求点"の"近傍"データセットに、局所モデルを用いて、出力の推定を行う。

JITモデリングにおける代表的な局所モデルには、重み付き線形平均法(LWA)や、重み付き局所回帰法(LWR)などが提案されているが、ここでは高炉操業データへの適用の第1ステップとして、最も単純な相加平均法を用いた。

すなわち、"要求点"ベクトル x^{k_q} に対する出力の推定値ベクトル y^{k_q} を、

$$\hat{y}^{k_q} = F(x^{k_q}) = \frac{1}{M} \sum_{y^k: (x^k, y^k) \in \Omega_q} y^k \quad (4)$$

で算出する。ここでMは、近傍空間 Ω_q に属する出力ベクトル y^k の個数である。

5.4 高炉操業における大規模オンラインデータデータベースモデリング

高炉には温度、圧力、組成をはじめ、各種物理量の検出端が多数設置されている。各計測値はオンラインでプロセスコンピュータ(以後プロコンと略す)に伝送され、蓄積される。

これらプロコン内に蓄積される大量の操業データをプロコンから取り出して、大規模データベースを構成し、第3章で述べた大規模データベースオンラインモデリング(LOM)を適用して、過去の類似操業事例の検索と、検索結果に基づく将来予測を実施し、本手法の有効性を検証した。

名古屋製鉄所第3高炉の操業データを対象データベースとした。データ項目数は、145項目、サンプリング時間は1時間である。データ収集期間は、2003年4月1日~2004年1月28日でデータ点数は、7266点である。

LOMではステップワイズ法を用いて、1時間後の溶銑温度 $y_l(t+1)$ に対する変数の寄与率(F値)を計算して、入力変数の追加及び除去を実施した。追加検定基準 F_{in} と除去検定基準 F_{out} に、一般に検定基準として採用されるF値が、20以上となる

Table1. Selected variables for molten iron temperature after 1 hour.

Selected variables by stepwise method		F value
Number	Content	
1	Molten iron temperature (present)	21225
2	Molten iron Si concentration (before 1 hour)	496
3	Molten iron Ti concentration (present)	273
4	Tapping velocity (present)	215
5	Molten iron temperature (before 4 hours)	104
6	Molten iron temperature (before 1 hour)	87.3
7	Top gas CO concentration (present)	76.0
8	Top gas CO concentration (before 1 hour)	71.3
9	Pulverized Coal Ratio (present)	65.2
10	Taphole number (before 2 hours)	65.1
...
32	Slag Al2O3 concentration (before 2 hours)	20.4

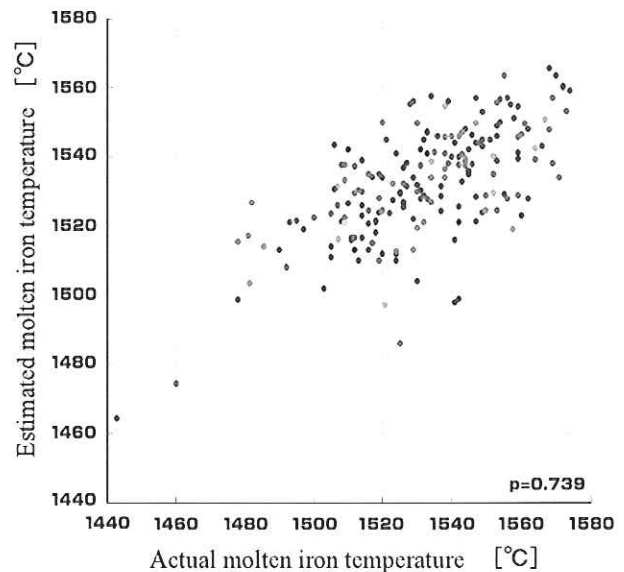


Fig.11 Correlation between after 1 hour actual molten iron temperature and estimated molten iron temperature by LOM.

位32変数を選択した(Table 1)。

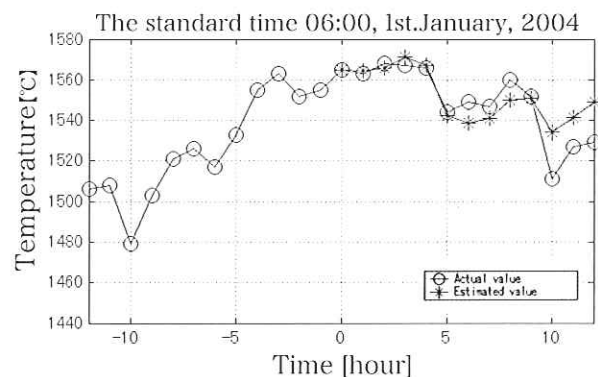
量子化数の設定にあたっては、いくつかの指針があるが、ここではスタージェスの公式によって得られる量子数等を参考にして、何通りか設定し、溶銑温度の予測精度が最良となる量子数 20 を選択した。溶銑温度の予測精度は、全データ7266点のデータセットからランダムに、200セットを取り出して、それぞれを"要求点" x^{k_q} とし、LOMモデルによる1時間後の溶銑温度の予測値、 $y_l^{k_q+1}$ と、実績値 $y_l^{k_q+1}$ との相関で評価した。このとき相関係数 ρ は、0.739であり、1時間後の溶銑温度が良好に予測できることが確認できた (Fig.11)。

大規模データベースの中から、任意のデータセットを"要求点"ベクトル x^{k_q} とし、量子化された多次元位相空間上で"近傍"にある量子内に存在するデータセットを、過去のデータセットの中から選択することで、"要求点"と類似する過去の操業事例を効率よく検索することができる。

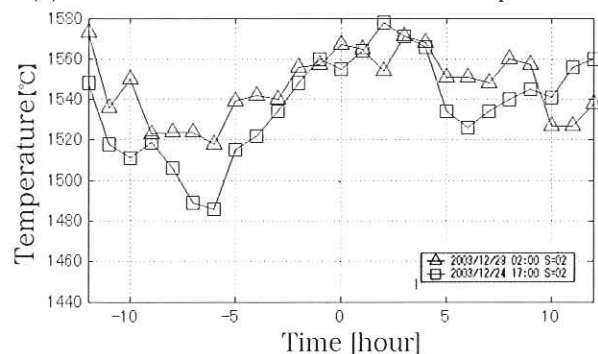
例えば2003年4月1日～2004年1月28日の全データセット7266点の中から、2004年1月1日6:00のデータセットを取り出して"要求点"とし、"要求点"より過去のデータセットから、"近傍"データセットを検索すると、相類似度 $S=2$ の近傍量子内に、2つのデータセットが存在し、2004年1月1日6:00と似た操業状態が過去に2ケース存在したことがわかる (Fig.12.(b))。(このとき相類似度 $S=0,1$ すなわち同一量子や一つ隣の量子には、類似的な操業事例が存在しなかった。)

検索された2つの"近傍"データセットの出力ベクトル y^k に対し、式(4)を用いて出力変数すなわち1時間後の溶銑温度を推定し、その値をFig.12.(a)に示す。Fig.12.(a)からステップワイズ法で変数の寄与率を計算する際に、出力変数と定義した1時間後の溶銑温度が、精度良く予測できていることが確認できた。

さらに、この2つの"近傍"データセットの1時間後以降の実績値を用いて、1時間後だけでなく、基準時間から、将来の12時間にわたる溶銑温度の推移を式(4)を用いて予測してみると、2004年1月1日6:00以降12時間の溶銑温度推移の実績値と、予測値は、良く一致することが確認できた (Fig.12.(a))。



(a) Actual and estimated molten iron temperature



(b) Actual molten iron temperature of the past similar data sets

Fig.12 The past similar data sets and estimated result of molten iron temperature by LOM.

また高炉操業データは、現在、逐次更新中であり、幅広い動作範囲で、観測データがそのままデータベースとして蓄積されることにより、幅広い操業範囲での高炉の操業予測も可能であると考えられる。

6. おわりに

本稿では、高炉操業を支援するための、Javaによる高炉統合シミュレータの構築技術について説明した。統合シミュレータにおいては、既存の完成されている部分シミュレータを有効に活用して、Javaで統合し、新たにシミュレータを再構築するよりも少ない労力で、利用しやすい大規模なシミュレータが構築できることを示した。

また計算機ハードウェアやデータベースシステム技術の発展に伴って、大量のデータの蓄積と、高速検索が可能となったこと等を背景に、近年注目されているJITモデリングを、物理現象が複雑で、非線形性の強い高炉にオンライン適用するにあたり、実用的な手法を検討し、高炉実操業データを用いて、その有効性を確認した。このとき過去の類似事例検索、将来予測に関する計算は、極めて短時間に実行され、オンライン適用が十分可能であることを確認した。

参考文献

- 1) 杉山喬：高炉内の流動・伝熱・反応解析，第94・95回西山記念技術講座，131/173 (1983)
- 2) 八木順一郎，武田幹治，大森康男：有限要素法によるガス流れと伝熱の2次元解析，鉄と鋼，66，1888(1980)
- 3) 杉山喬，須賀田正泰：製鉄研究，325，34/42 (1987)
- 4) 桑原守，高根慎司，関戸邦雄，鞭巖：高炉プロセスの数学的二次元モデル，鉄と鋼，77，1593 (1991)
- 5) 内藤誠章，杉山喬，藤原豊，圃中朝夫，芦村敏克：高炉トータルモデルを用いた大分2高炉炉内解析，材料とプロセス，4，166 (1991)
- 6) 奥野嘉雄，国友和也，入田俊幸，松崎眞六：高炉内層頂部におけるコークス層崩れ現象の装入物分布に及ぼす影響，鉄と鋼，7，783/790 (1986)
- 7) 奥野嘉雄，松崎眞六，国友和也，磯山正，草野祥昌：ベルレスの装入法における装入物分布推定モデルの開発，鉄と鋼，191/98 (1987)
- 8) M. Koga, H. Ogai, M. Ogawa, M. Ito, K. Uchida and S. Matsuzaki: "Development of the Blast Furnace Integrated Java-Based Simulator" 2004 IEEE International Conference on Control Application, 1290/1295 (2004)
- 9) Cay S. Horstman and Gary Cornell: Core Java2 Vol.2, Chap.11 ASCII, Inc (2002)
- 10) 中山 茂：Java分散オブジェクト入門，技報堂出版 (2000)
- 11) ロブ・ゴードン: Java Native Interface プログラミング，ピアソンエディケーション (1998)
- 12) 松崎眞六，伊藤雅浩，内藤誠章，磯部誠，柿内一元：高炉の非定常現象の可視化方法の開発，材料とプロセス，4，780/783 (2003)

- 13) 伊藤雅浩, 松崎眞六, 柿内一元, 磯部誠: 高炉操業解析総合支援システムVenusの開発, 新日鐵技報 379 33/38 (2003)
- 14) T. Soukup and I. Davidson: Visual Data Mining, John Wiley & Sons, Inc (2002)
- 15) 松崎眞六: 高炉頂部における装入物分布に関する研究, 博士論文 9/18
- 16) M. Naito and T. Nishimura: "Prediction of sinter reduction behavior in a blast furnace by a mathematical model" Asia Steel International Conference 2000. B (Iron making), 268/276 (2000)
- 17) 鄭秋宝・木村英紀: Inverse/Predictive Just In Time制御, 日本鉄鋼協会「大量データをベースとした省力化のための診断・制御の高度化」発表会資料, (2001)
- 18) Q. Zheng and H. kimura : Trans. Soc. Instrum. Control Eng., 37,640,(2001)
- 19) C.G. Atkeson, A.W. Moore and S. Schaal : Artificial Intelligence Review, 11,11(1997)
- 20) G. Bontempi, M. Birattari and H. Bersini : Int. J. Control, 72,643(1999)
- 21) H. Tsutsui, A. Kurosaki and T. Sato : Trans. Soc. Instrum. Control Eng., 33,947(1997)
- 22) J. Zhang, Y. Yim and J. Yang : Artificial Intelligence Review, 11,175(1997)
- 23) Q. Zheng and H. Kimura: 42nd Japan Joint Automatic Control Conference, Tokyo, 143(1997)
- 24) D. Kibler, D. W. Aha and M. K. Albel : Computational Intelligence, 5(1989)
- 25) C. G. Alkeson A. W. Moore and S. Schaal : Artificial Intelligence Review, 11,11(1997)
- 26) W. S. Cleveland and S. J. Delvin : Journal of the American Statistical Association, 403,83(1988)
- 27) 河口至商著: 多変数解析入門 I, 森北出版, 東京, 27 (1973)
- 28) 大貝晴俊・古賀雅伸・小川雅俊・伊藤雅浩・松崎眞六: Javaによる高炉統合シュミレータ、計測と制御、45、1、37/42 (2006)
- 29) 伊藤雅浩・松崎眞六・大貝晴俊・大舘尚記・内田健康・齋藤信一・佐々木望: 高炉操業における大規模データベースオンラインモデリング、鉄と鋼、90、11、59/66 (2004)

表面複合化材料の密着強度評価の提案

Proposal for valuation of adhesion strength in materials to be compounded on surface

九州工業大学工学部
物質工学科 教授
恵良 秀則
Hidenori Era



1. はじめに

近年、高機能化に向けた材料開発が進められており、その中でも鋼や鋳鉄のような安価な材料に異なる性質の材料を複合化して、表面機能を持たせる技術開発が盛んに行なわれている。メッキ、接合、溶射、鋳ぐるみなどは、代表的な複合化の技術である。

複合材料において、基材と表面異種材料の密着強度は、最も重要な特性の一つである。本編ではサーメット溶射皮膜を例にとり、密着強度評価のためのせん断試験方法を提案したので、紹介させて頂く。

2. 従来の密着性評価法

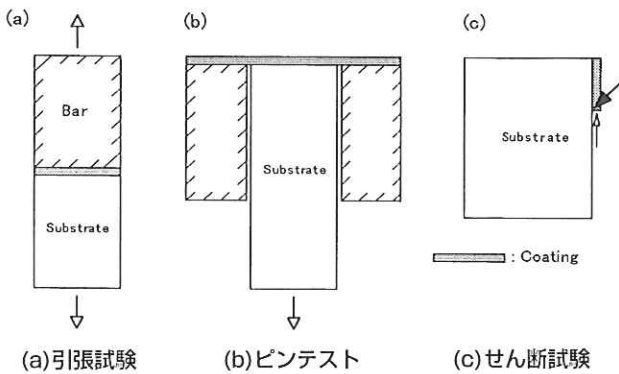


Fig.1 密着強度測定のための種々の方法

Fig. 1 は例えば、溶射皮膜の密着性評価のための試験方法の代表例である¹⁾。Fig. 1 (a)の引張試験は、最も一般的で、簡便な方法であるが、溶射皮膜に別の部材 (Bar) を接着剤で貼り付けて引張るので、この接着剤が基材/皮膜の密着強度より弱いと測定できないなどの欠点がある。Fig. 1 (b)はピンテスト²⁾を示している。ピンテストでは接着剤を使用しないが、ジグと基材を同時に溶射するとき、クリアランス領域に溶射材料が入り込む場合があり、精度の良い測定が困難である。さらに溶射した材料を熱処理したときの密着強度が測定できないなどの欠点がある。Fig. 1 (c)は通常のせん断試験である。試験片作製は、やや複雑であるが、接着剤は使用せず、また熱処理材にも適用できる。せん断試験で最も問題と

なるのが、矢印で示した部分の応力集中である³⁾。この応力集中が大きければ大きいほど、全体としては小さな力で破断し、正確な測定ができないことになる。そこで我々は、この応力集中を低減させるため、基材に半円状のノッチを導入することを提案した。

3. 新しいせん断試験法

Fig. 2 は半径 r のノッチを基材に導入したときの試験片を示している。軟鋼基材に (75Cr3C2+25NiCr) サーメットを溶射した複合材料である (Fig. 3)。溶射皮膜の厚さは $300\mu\text{m}$ である。この試験片をダイスにセットして、パンチでプレスするせん断試験法である (Fig. 4)。

まず、このノッチ導入が応力集中の低減に有効か否かを光弾性実験⁴⁾で確かめた結果がFig. 5である。この場合、光透過性の試料としてエポキシ樹脂を用いている。Fig. 5 (a)はノッチ無しで荷重ゼロの場合、Fig. 5 (b)はノッチ無しでプレスした場合で、基材と皮膜に相当する領域の境界と、ダイスの近くに間隔の狭い縞模様が観察される。Fig. 5 (c)に見られるように、半円状のノッチを導入した場合は、間隔の狭い縞模様が消えている。このことから半円状のノッチを導入すれば、応力集中が低減できる可能性のあることがわかる。ただしこの場合、基材および皮膜に相当する部分は、エポキシ樹脂を用いているので、両者の弾性率は同じである。

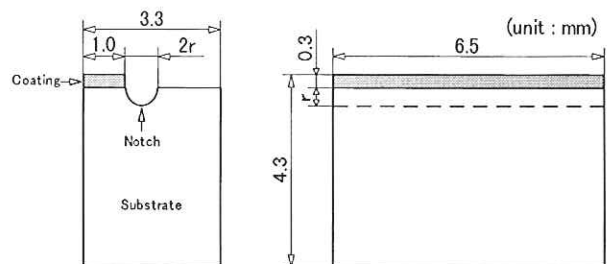


Fig.2 半円状ノッチを導入した試験片

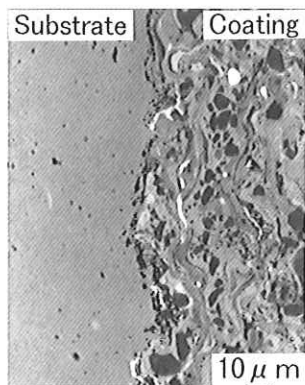


Fig.3 Cr₃G₂ サーメット皮膜と軟鋼基材の境界付近の反射電子像

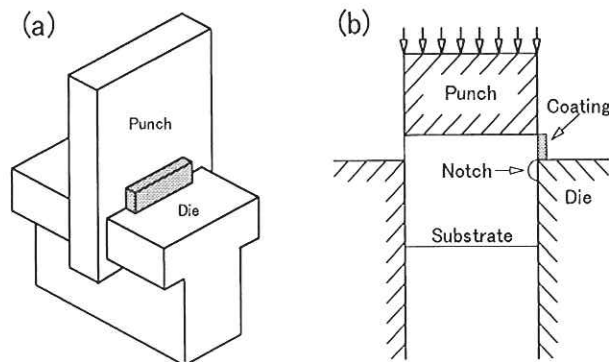
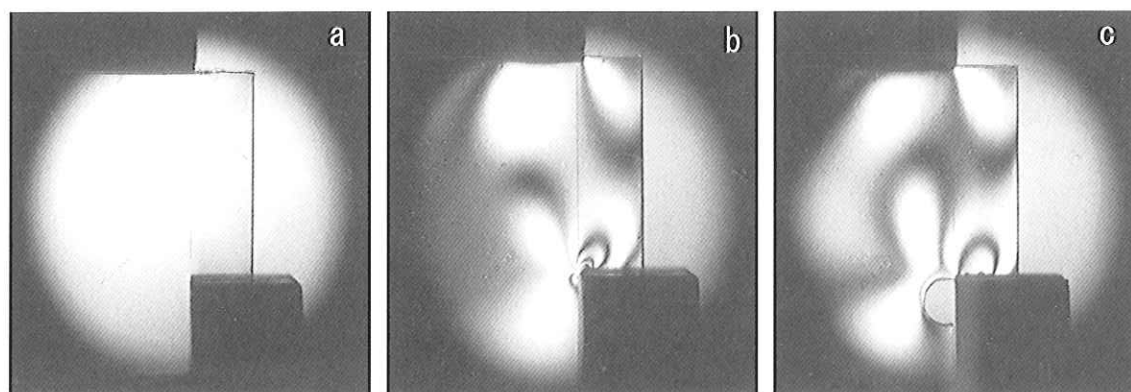


Fig.4 せん断試験のジグ、および方法模式図



(a) 荷重負荷前 (b) 荷重負荷状態 (ノッチ無し) (c) 荷重負荷状態

Fig.5 エポキシ樹脂板のせん断による光弾性像の変化

4. ノッチサイズと応力集中

適正なノッチ・サイズの検討を行うため、有限要素法を適用することにした。有限要素法では、まずメッシュ分割を行う必要がある。ここでは最小メッシュサイズとして $10 \times 20 \mu\text{m}$ を採用した。 $10 \mu\text{m}$ あるいは $20 \mu\text{m}$ というサイズは、応力集中の評価が十分にできることを別の計算によっても確認しており、また基材と溶射皮膜の境界付近は、 $20 \mu\text{m}$ 前後で凹凸があることから、妥当であると考えている。このような考察に基づき、メッシュ分割をFig.6のように行った。また有限要素法による計算結果をFig.7に示す。ノッチが無い場合、応力集中が3倍程度生じるが、ノッチがある場合 ($r = 0.3\text{mm}$)、応力集中が低減していることがわかる。この結果は光弾性実験結果 (Fig.5) と一致している。

応力集中を定量的に表わすため、相当応力を負荷応力で規格化した (σ / σ_0)。この値を基材/皮膜界面長手方向の距離L (Fig.6 参照) で整理した。結果をFig.8に示す。ノッチが無い場合、 $L = 20 \mu\text{m}$ のところで $\sigma / \sigma_0 = 2.7$ であり、ノッチを導入すると、 σ / σ_0 は低下していくことがわかる。しかしノッチの半径rが0.3と0.4では、相当応力は同様な値を示し、これ以上ノッチサイズを大きくしても効果は無い。なおこの場合、基材と皮膜の弾性率は、同じとした ($E_c / E_s = 1.0$)。

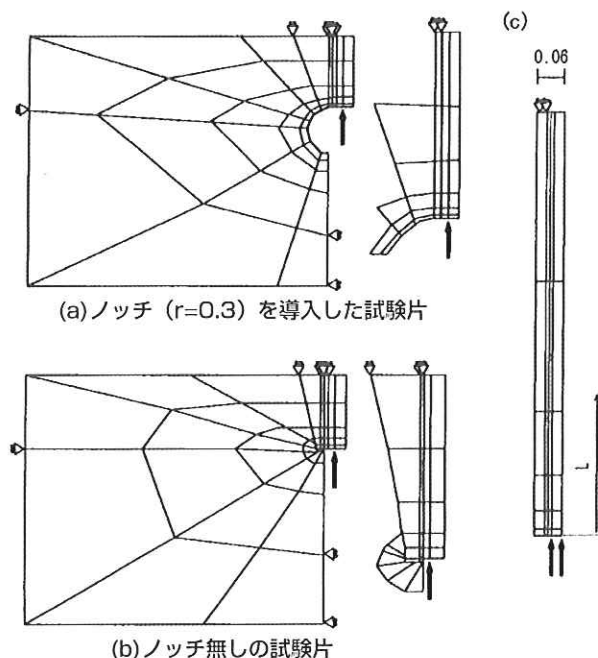


Fig.6 せん断試験片のメッシュ分割図

一般に耐摩耗性などが要求される被覆材料は、セラミックスやサーメットなどの硬質の材料が使用される。本稿で実験に使用した試料の基材は、軟鋼 (ヤング率、 $E_s = 210\text{GPa}$) で、溶射皮膜はサーメット ($E_c = 350\text{GPa}$ と見積った) であり、 $E_c /$

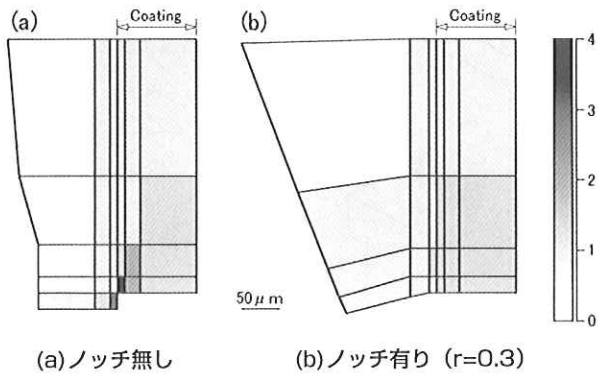


Fig.7 皮膜と基材のヤング率が同じ試験片 ($E_C/E_S=1.0$)の相当応力分布図

$E_S=1.67$ である。このときのL方向の σ/σ_0 の値がFig.9の上側の図(a)である。Fig.9の下側の図(b)は、せん断応力を表したものであり、基材と溶射皮膜のせん断力の平均値(τ_0)で規格化している、いずれにしろ $r=0.3\text{mm}$ 程度のノッチを導入することで、応力集中を著しく低減させることができる。すなわち精度の高い密着強度を測定できることが明らかとなった。

Fig.10に軟鋼/サーメット溶射皮膜をせん断試験としたときの密着強度の測定結果を示す。ノッチが無いとき($r=0$)応力集中が起こり、密着強度が低く測定されているが、ノッチを導入した場合、密着強度は高く測定され、 $r=0.3\text{mm}$ と $r=0.4\text{mm}$ ではほとんど変わらない密着強度となる。これは有限要素法の試算結果とも一致している(Fig.9参照)。

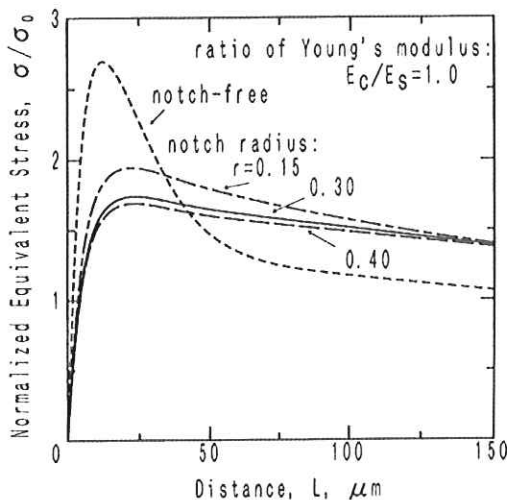
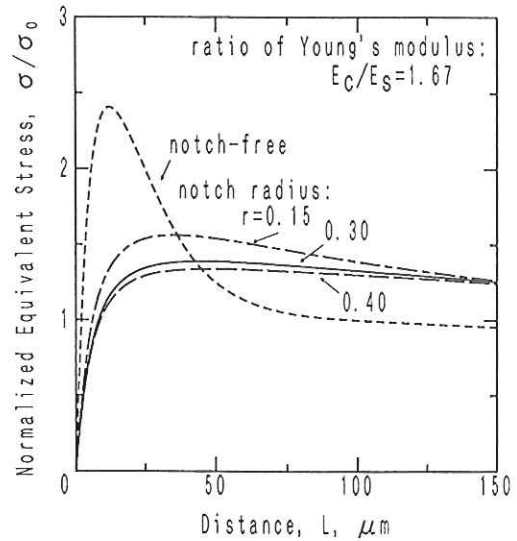


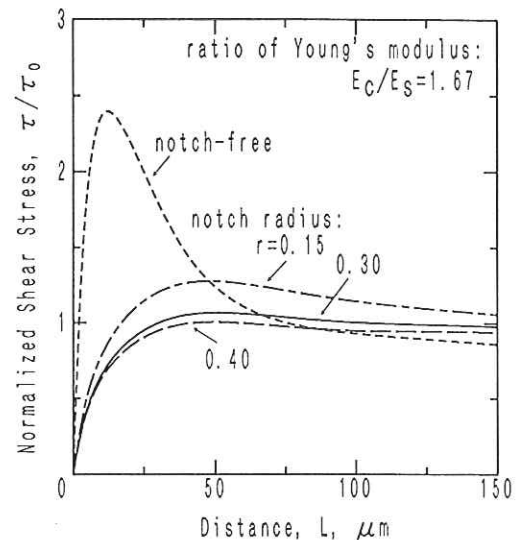
Fig.8 皮膜/基材界面に沿う相当応力の変化

5. 弾性率と応力集中

Fig.8とFig.9の結果から、基材あるいは皮膜の弾性率が異なると、応力集中の程度も違ってくるのではないかと推察される。そこで基材と皮膜のヤング率の比(E_C/E_S)を変化させて、有限要素法の計算により、検討を加えた。その結果をFig.11に示



(a)相当応力



(b)せん断応力

Fig.9 皮膜/基材界面に沿う相当応力の変化

す。縦軸の σ_{\max} は、基材/皮膜界面に沿う距離Lを変化させたときの、最も高い相当応力を示している。ノッチを導入すると、ヤング率の比に拘わらず応力集中は低減するが、その効果は E_C/E_S の値が大きいほど著しい。このことは例えば、基材に対して皮膜の弾性率が大きい方がノッチの導入による応力集中低減効果は、大きいことを示している。

6. おわりに

一般に性質の異なる材料(例えば金属とセラミックス)を複合化すると、それらの界面における密着性が問題となる場合が多い。そして、この密着性の評価も、本稿で述べた理由により精度よく測定することは、一般には難しい。本稿では溶射皮膜を例にとって、密着強度の評価方法を検討した結果、次のようにまとめることができる。

- (1) 光弾性実験および有限要素法による解析から、せん断試験片に半円状のノッチを導入するこ

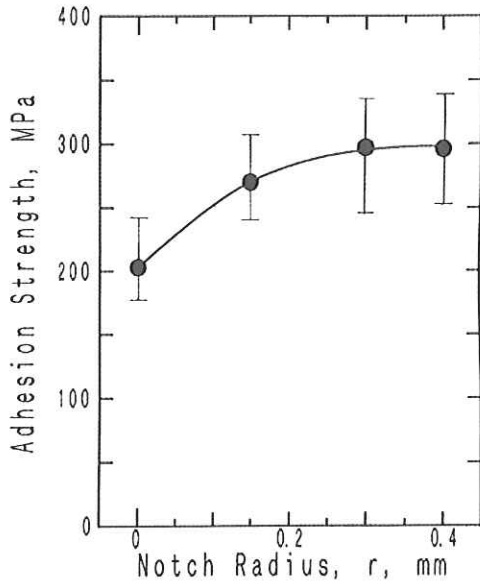


Fig.10 実際のせん断試験によって得られたCr₃C₂サーメット皮膜の密着強度

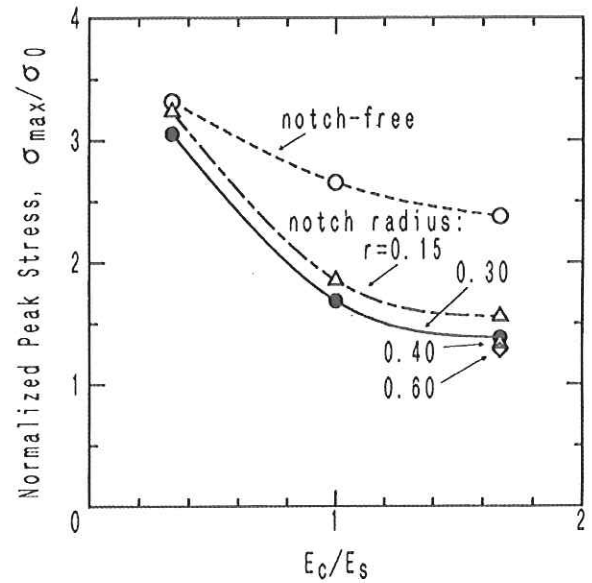


Fig.11 ピーク・ストレスに及ぼすノッチ・サイズとヤング率の比(E_c/E_s)の影響

とにより、試料片のコーナー部分の応力集中を低減させ得ることがわかった。

- (2) 溶射皮膜のヤング率が基材にほぼ等しいか大きいときに、ノッチ導入による応力集中低減効果が著しい。
- (3) 軟鋼基材にサーメットを溶射した試料片を用いて、実際にせん断試験を行った結果、ノッチ導入の有効性を確認できた。

参考文献

- 1) 日本工業規格、H8666、1980
- 2) 井上好章、小野登明、納富啓、出羽昭夫、豊田政男、塚本光夫、溶接学会論文集、9 (1991)、167
- 3) 福田重久、九州大学学位論文、1985、59
- 4) S.P.Timoshenko, J.N.Goodier, Theory of Elasticity, 3rd ed, McGraw-Hill, New York, 1970, 90

CPC法で製造した厚板ホットレベラーロールの新材質特性

New Materials Characteristics of Hot Leveler Roll Produced by CPC Process



技術開発センター室長

姜 孝京

Hyo-Gyoung Kang

技術開発センター係長

園田 晃大

Akio Sonoda

技術開発センターセンター長

永吉 英昭

Hideaki Nagayoshi

要 旨

最近、厚板ホットレベラーロールへの負荷の増大及び補修コスト削減のため、従来品に変わる新しい材質ロールの開発が望まれている。当社は既存の肉盛溶接品とは品質やコスト面で完全差別可能な以下の特徴を持つ厚板ホットレベラーロールの新材質を開発した。新材質の耐腐食性と高温酸化性は従来材に比べそれぞれ4倍と6倍以上優れ、2倍以上の高寿命が期待できる。また、耐焼付き性と耐衝撃特性は既存溶接品と同等以上の特性を示した。

Synopsis:

Recently, the development of new material roll for hot leveler roll is required because of load increasing to the roll and in order to achieve reduction of the repair cost for conventional rolls. FUJICO has developed the new material for hot leveler rolls that is perfectly discriminated from the welded overlays material in quality and cost. The new material has the next characteristics. The corrosion resistance and the high temperature oxidation resistance of the new development material are respectively more excellent over 4 times and 6 times than those of the existing welded material. Then, the high life over the double can be expected the development material. The seize resistance and thermal shock resistance are over the existing welded material.

1. 緒言

最近、通板材の変化、矯正反力増加及び通板材温度の高温化などにより、ロールへの負荷が高いため材質特性の向上が求められている。さらにロールの補修頻度を少なくするため、高寿命・低コストロールに対する要求が高まっている。従来のロールはマルテンサイト系ステンレス鋼の硬化肉盛り溶接品あるいは工具鋼の焼入れ品が用いられている。しかし、肉盛溶接法により作られた13%Crのマルテンサイト系ステンレス鋼ロールは、使用途中で溶接ビードの優先腐食摩耗によりビード模様が鋼板へ転写されるなどの問題があると共に、ロールの摩耗による消耗が早いと、本ロール類の寿命が工場の定修計画を支配し、かつ多くの補修費が費やされている。そこで当社では、指向性凝固の1層盛りで、肉盛溶接ビード模様が出現せず、合金設計に自由度が高い特徴を持つCPC(Continuous Pouring process for

Cladding)法を用いて、新材質ロールの製造を行っている。ホットレベラーロールに要求される主な物性は、耐高温酸化性、耐腐食性、耐摩耗性、耐焼付き性などがある。既存の材質である13Crのマルテンサイト系ステンレス鋼(SUS420-J2)と開発材(析出硬化型ステンレス鋼)のマイクロ組織と各種物性との関係を調査し、既存材に比べて、特に耐高温酸化性や耐腐食性が優れ、高い高温物性をもちロール寿命が2倍以上期待できる析出硬化型新材質を開発したので紹介する。

2. 実験方法

2.1 供試材及び試験方法

従来材はSUS420-J2系合金を、Table 1の溶接条件で肉盛溶接を行った。従来材は溶接後、低温応力除去処理(150°C放冷)を行い実機レベルの硬さに調整を行い各種評価材の試験片に加工した。

Table1 Welding conditions of specimen

Layer	Preheat temp. (°C)	Pass to pass temp. (°C)	Current (Amp.)	Voltage (V)	Travel speed (mm/min)
Under	300	400	450	27-28	400
Middle	300	400	700-750	23-24	200
Top	270	400	700-750	23-24	200

開発材は銑鉄、軟鋼、フェロマンガ、フェロシリコン、フェロクロム、フェロモリブデンなどの原料を用い、Arガス雰囲気の高周波誘導炉で溶解した。溶湯温度1550°Cから金型モールド（内径Φ90 x 400L）に铸造し、各々の熱処理前の試験片に加工した。金型モールド铸造材の凝固速度を測定した結果、CPC製造法による製造された実機品のロール材の凝固速度と類似していることを確認した。開発材の熱処理は1000°Cで1hr固溶処理を行い強制空冷により焼入れ後、300°C~560°Cの範囲で1hr時効処理を行った。光学顕微鏡観察及びX線回折によって、供試材の組織を調べ、また村上試験を用いて、点算法(铸肌から10mmの位置、倍率400倍、視野数60)によりM7C3及びMC炭化物の面積率を計測した。また、EPMA装置によって主な添加元素について、ライン分析(加速電圧20kV、試料電流0.02μA、ビームサイズΦ1μm×10μm)を行い主な添加元素の偏析を調べた。

常温での硬さは試験片(25×25×20t)を用いマクロビッカース硬さ計で荷重20kg、負荷時間15秒の条件で測定を行った。また、高温間マイクロビッカース硬さ試験機を用いて室温~700°Cの範囲にわたって測定を行った。引張試験はJIS4号試験片を用いて万能試験機で常温と500°Cの温度条件で行った。熱膨張試験は、供試材をΦ5×20mmに仕上げ、文献¹⁾²⁾の方法を用いて、熱膨張曲線により線膨張係数(25~800°C)、γ化温度、Ms点温度をそれぞれ求めた。

さらに、供試材の組織構成を同定するためX線回折(Cu-Kα)を行った。残留オーステナイト量(%)の測定には、X線応力測定装置(DX-10)を用いCr-Kα管球を使用し、管電圧30kV、管電流10mAの条件で行った。α-Fe(211)とγ-Fe(220)の回折線のプロファイルの面積を測定し残留オーステナイト量(%)を算出した。

2.2 物性比較テスト

従来材と開発材について実機レベルでの使用環境に応じた高温酸化性、熱衝撃性、耐腐食性、熱間摩耗特性、耐焼付き性などの比較テストを行った。高温酸化試験は試験片(25×25×20mm t)をアセトンで超音波洗浄・乾燥した後、その質量を測定し、酸化試験に供した。酸化試験は大気中の電気炉にそれぞれ600°Cで12時間、900°Cで24時間維持した後アルミナ坩堝を用いて冷却を行った。酸化試

験後の試験片と捕集したスケールの質量を測定し、酸化増量(g/m²・hr)を算出した。

熱衝撃特性は試験材(25×25×20mm t)を試験前に浸透探傷試験法(PT検査)によりき裂の有・無を事前確認し、所定テスト温度(500~800°C)に保持した大気中の電気炉に投入し5分間保持した後、予め準備した水槽(500mlの容器中、水温25°C±2°C)の中へ投入する水中焼入れ方式により行った。熱疲労テストは上記の熱衝撃特性試験を10回繰り返してテストにより行った。

耐腐食試験は試験材(50×50×20mm t)を用い35°Cの塩水噴霧試験を2時間行い60°Cの4時間乾燥後50°Cで2時間湿潤の処理を1サイクル(8時間)とし、総合6サイクル繰り返してテストを行った。腐食減量(mg/mm²)の測定はJIS Z 2371の塩水噴霧試験方法に基づいて行い、試験前・後の外観をマクロ写真により比較した。熱間摩耗試験と耐焼付き性試験は当社が開発した熱間焼付き・摩耗試験機³⁾を用いてTable 2とTable 3の試験条件によってそれぞれ行った。

Table2 Experimental conditions of wet rolling-sliding hot wear tests

Items	Conditions
•Counterpart material	S 45 C
•Size of counterpart piece	Φ 100 x 15 mmt
•Size of test piece	Φ 80 x 10 mmt
•Load	10 kg
•Rolling velocity	500 rpm
•Sliding ratio	5%
•Temperature of counterpart material	600 °C
•Cooling conditions	Water cooling, 600ml/min
•Test time	2hrs, 4hrs

Table3 Experimental conditions of galling tests

Items	Conditions
•Counterpart material	SUS 430
•Size of counterpart piece	Φ 100 x 15 mmt
•Size of test piece	Φ 80 x 10 mmt
•Load	50 kg
•Rolling velocity (Test piece)	50 rpm
•Sliding ratio	10% ~ 60%
•Temperature of counterpart material	850 °C
•Cooling conditions	Water cooling, 600 cc/min
•Test time	1min

3. 実験結果及び考察

3.1 開発材の基礎的性質

3.1.1 創製法とミクロ組織

従来材と開発材の標準的な成分と基礎物性をTable 4に示す。従来材は0.2%C-13%Crマルテンサイト系ステンレス鋼であり、開発材は従来材より硬さ向上とδ-フェライトの生成を抑制するためC添加量を増加させた。0.3%C - 13%Crマルテンサ

Table4 Chemical composition and properties of specimens

Code	Composition (wt.%)	Condi-tions	Y.S. (MPa)	T.S. (MPa)	El. (%)	R.A. (%)	Hard-ness (HS)	α^* ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	Ac1 ($^{\circ}\text{C}$)	Ms ($^{\circ}\text{C}$)
Conventional	0.2C-13Cr	at R.T	540	740	8	25	68	13.4	817	278
		at 500 $^{\circ}\text{C}$	400	630	12	35	41			
Developed	0.3C-14Cr-3Ni-Others	at R.T	900	1040	3	6	71	12.5	635	134
		at 500 $^{\circ}\text{C}$	610	890	5	10	45			

α : Coefficient of expansion, α^* : 20~800 $^{\circ}\text{C}$

イト系ステンレス鋼の成分を基本にして3%Niを添加させることにより、焼入れ温度における δ -フェライト量を抑制、焼戻し抵抗の増加、強度と靱性が改良されかつ耐食性の改善を図った。但し、Niの添加はMs点を低下させ、残留オーステナイトを生成し、強度の低下を招くので、高温強度の確保や焼入性の確保のため特殊元素の同時添加を行った。

Nb, Ti, V, Bに代表されるMC炭化物形成元素を適切な量を添加し、固溶原子によるドラッグ効果、析出物によるピンニング効果を通して高温での固溶化処理中 γ 結晶粒の成長防止や焼入性の向上、時効処理中の析出硬化効果を狙った。さらに、析出硬化型元素を適切な量添加させることにより析出硬化熱処理でマルテンサイトマトリックス中に析出硬化型元素のリッチ相として微細に分散析出させることにより基地の強度向上を狙った。

Fig. 1 と Fig.2に従来材と開発材の光学顕微鏡組織写真を示す。

従来材は組織写真に見られるように、基地はマルテンサイトと残留オーステナイトと構成されており、旧 γ 粒とその中心に炭化物が観察される。開発材のAs cast材は合金組成と凝固中の過冷却により基地は大部分のオーステナイトと一部のマルテンサイトの組織となっており、 γ 粒界に炭化物が晶出している。

開発材の固溶化・時効処理材(以下SA材)では、基地はマルテンサイト(焼入れと焼戻し)組織から形成されており、旧 γ 粒界には未固溶炭化物が観察された。一方、基地(旧 γ 粒内)には2次析出炭化物が粒状に観察された。

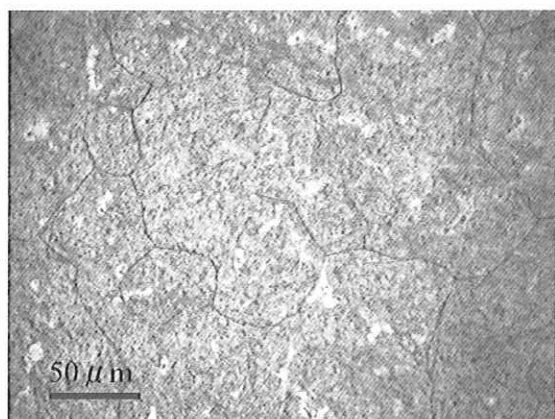


Fig. 1 Typical microstructures of conventional alloy

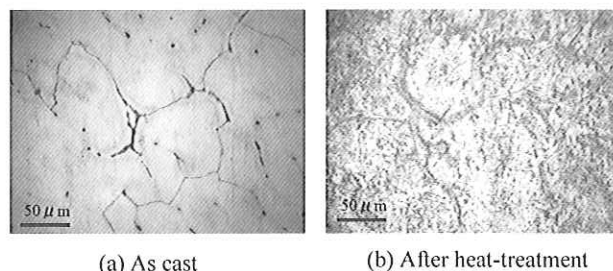


Fig. 2 Typical microstructures of developed alloy

3.1.2 炭化物の種類と量

供試材の組織構成を同定するためにX線回折($\text{Cu-K}\alpha$)を行った。まず、従来材の回折パターンをFig.3に示す。さらに、村上試薬を適用し炭化物を顕在化させ炭化物の面積率(%)測定した結果や残留 γ 量の測定結果をTable5に示す。従来材は α -Feの(110)、(200)や γ -Feの(111)、(200)のX線回折ピークが見られる他に M7C3 の炭化物のX線回折ピークも見られる。このことから従来材は α -Fe、 γ -Feと M7C3 炭化物から構成されていることが分かった。一方、従来材の残留 γ -オーステナイトの量は14.2%であり溶接時の非平衡凝固の影響により高い値を示したものと推測される。

従来材の炭化物の面積率を測定した結果8.9%でありX線回折の結果とよく対応している。開発材の回折パターンをFig.4とFig.5に示す。As cast材の場合、ミクロ組織観察結果及び残留 γ 量の測定結果からもよく対応するように、Niなどオーステナイト安定化元素の添加によりオーステナイト量は66.7%を占める。その他に M7C3 炭化物や α -Feのピークが観察された。SA材の場合は、 M7C3 の炭化物の他に2次析出炭化物である M23C6 炭化物のピークがわずかながら観察された。 γ -FeのピークはAs cast材と比べ非常に低く、残留 γ 量の測定結果とよく一致する結果を示した。As cast材とSA材の炭化物の面積率はそれぞれ7.7%、9.6%を示し、SA処理による2次析出炭化物の面積率は約2%範囲である事が予測できる。一方、 γ -Feのピークや残留 γ の測定結果から1%という非常に少ない結果を示した。開発材は従来材と比べて残留 γ 量が少なく炭化物の増加により固溶炭素が減少され、Table4に示した従来材以上の低い線膨張係数率が得られたものと考えられる。その結果は、耐力の向上にもつながり摩耗特性、熱き裂性、焼付き性にも有利に作用

するものと予測される。

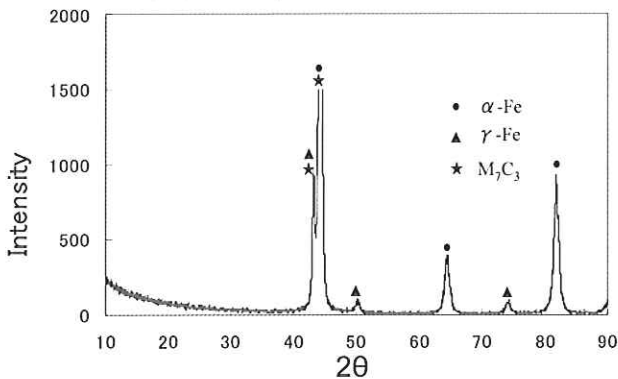


Fig. 3 Experimental and calculated X-ray diffraction scans for conventional alloy

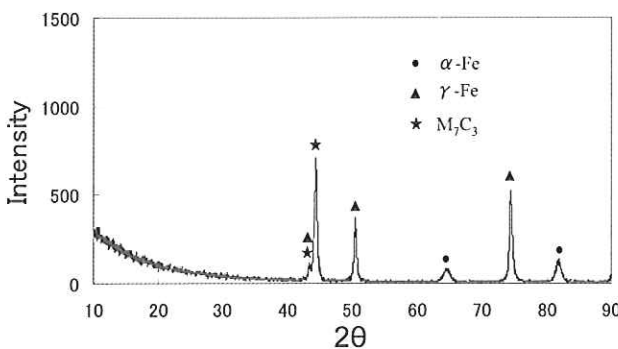


Fig. 4 Experimental and calculated X-ray diffraction scans for developed alloy in as cast

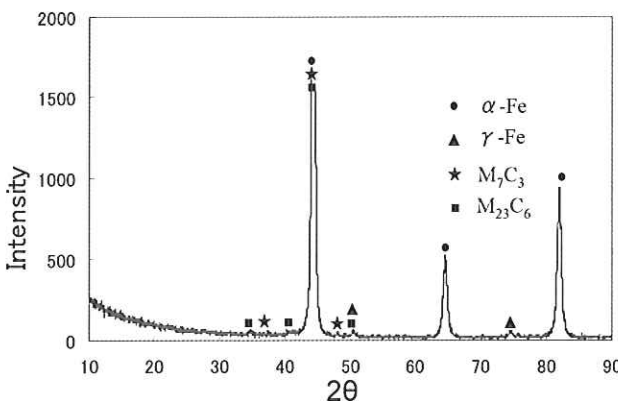


Fig. 5 Experimental and calculated X-ray diffraction scans for developed alloy after solution treatment and aging treatment

Table 5 Results of volume fraction of retained austenite and area fraction of carbides

Alloy	Conventional	Developed	
		As cast	After SA
Volume fraction of retained austenite (%)	14.2	66.7	1.0
Area fraction of carbides (%)	8.9	7.7	9.6

3.1.3 開発材の熱処理特性

開発材は析出硬化型ステンレス鋼としてマルテンサイト変態点(Ms)が134℃であり、固溶化熱処理後焼入れ処理により、基地組織はマルテンサイト組織を呈する。固溶化熱処理時にオーステナイト地に固溶していた析出硬化元素が、室温ではマルテンサイト地に過飽和に固溶することになり、固溶化熱処理後に続いて析出硬化処理を行うことにより、過飽和に固溶していた析出硬化元素が析出し、高い硬度が得られる。開発材及び従来材の熱処理条件と硬さの関係をFig.6示す。

開発材は1000℃の1時間の固溶化処理後焼入れ処理により大幅な硬さ増加が確認された。それは、Ni添加の影響より焼入れ後の組織に占めるマルテンサイト相の割合を増加させることやMC形成元素の影響によりマルテンサイトラス内に粒状のMC炭化物の析出やM₂₃C₆タイプの粒状析出炭化物がマルテンサイトラス内部と残留γとマルテンサイトの境界近傍に微細に分布することによるものと考えられる。このM₂₃C₆析出炭化物はTEM分析の結果⁴⁾によるとCr濃度が高く、FeやNiの濃度は低いものの時効温度や時間が増加することによりFeやNiの濃度が増加し、主に不連続的に不規則的な形状粒子としてマルテンサイトラス内部やサブ結晶粒界に沿って観察されると報告されている。さらに、TEM観察の報告によると、析出硬化型元素の添加影響により、FCC格子構造を持つ粒状の析出硬化型元素リッチ析出相がマルテンサイトラスの中や残留γ中に観察されている。開発材は上記の析出炭化物の出現により480℃レベルで最高硬度を示したものと判断される。

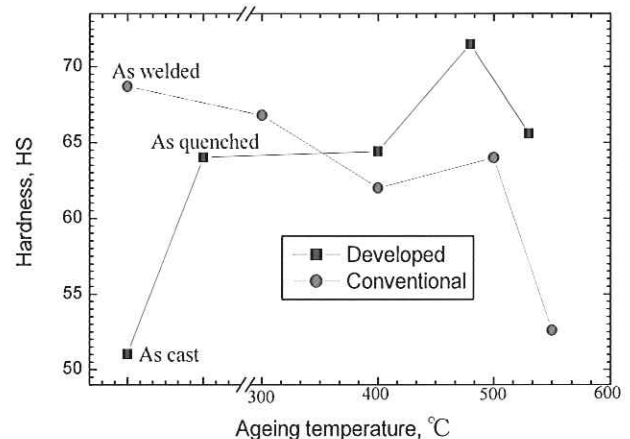


Fig. 6 Isochronal hardness curves as function of heat treatment conditions

3.2 材料特性

3.2.1 常温及び高温での機械的特性

供試材の機械的性質、物理的性質をTable.4に示したように、開発材は従来材に比べ組織観察結果からも予測できるように最高硬さを示す時効処理条件により引張強さと耐力ともに高い値を示しているが、伸びと絞り率は低い結果を示した。高温

(500°C)での結果も同一な傾向を示しており、開発材の場合、耐力は高温でも600MPa以上高く、伸びと絞り率は高温側で改善される。20~800°Cでの線膨張係数の比較結果を見ると開発材の方が低い値を示し、高温耐力も高いことから耐熱き裂性の面からも改善が期待できると考えられる。AC1変態点とMs点は添加元素の成分差により開発材の方が低い傾向を示した。

ホットレベラーロールは600~900°Cの鋼板が通過され高温で使用されるので、その温度域での性質が重要である。Fig.7に高温での硬さ測定結果を示す。開発材は従来材より全ての測定温度レベルで高い傾向を示しており、高温特性が優れることが分かった。それは、開発材の場合、高温強度維持性を持つ特殊添加元素の影響であると考えられる。高温領域での硬さの向上は、実際使用環境でのロールの機械的摩耗性に有利に作用すると共に耐焼付き性にもよい結果をもたらすものと推測される。

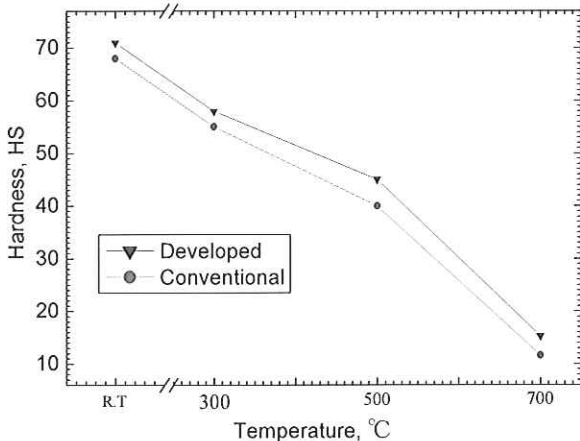


Fig. 7 Relationship between hardness and testing temperature

3.2.2 高温酸化特性

高温酸化特性はロール材質の高温での使用中ロールの熱間摩耗性、肌荒れ性及び焼付き性現象と直接的な関係が深く通板鋼材の表面品質にも影響を与える。高温酸化性試験結果をFig.8とTable 6に示す。

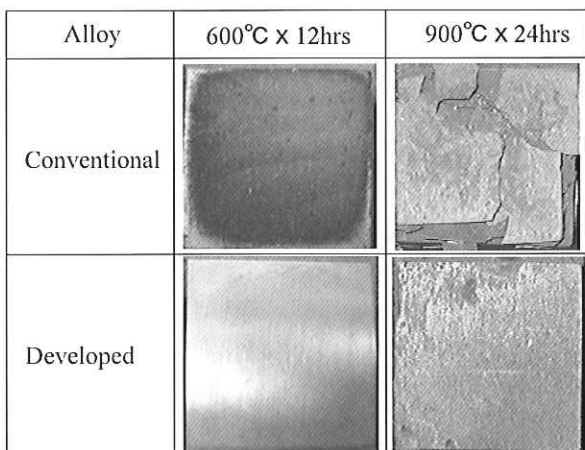


Fig. 8 Photos showing result of high temperature oxidation test

Table6 Result of high temperature oxidation test

Test conditions		600°Cx12hrs		900°Cx24hrs	
		Weight gain (gr/m ² ·hr)	Ratio	Weight gain (g/m ² ·hr)	Ratio
Alloy	Conventional	0.58	1	5.72	1
	Developed	0.09	1/6.4	0.96	1/6.0

600°Cで12時間保持した試験材の場合、従来材は黒い酸化スケールが表層に観察される反面、開発材は光沢の表層そのまま維持していることが確認された。900°Cで24時間保持した試験材の結果を見ると、従来材は明らかに溶接表層部スケールが完全に剥がれた様子が観察される。しかし、開発材は表層が若干酸化したもののスケールの発生はほとんど観察されず、4倍以上の優れた高温酸化特性を示した。一般的に高温酸化特性は材質のCr濃度と関連性が高く570°C以上の場合は3つ (Fe_{1-x}O、Fe₃O₄、Fe₂O₃) の酸化物が形成されると報告⁵⁾されている。開発材の場合CrやNiの基地への固溶量が従来材より多いためCr₂O₃や(Mn,Cr,Ni)₃O₄の安定酸化物が初期段階で形成するものと考えられる。EPMAによる基地中のCr濃度の分析値からも分かるように従来材と開発材のCr濃度は安定なCr₂O₃酸化物が形成できる13%以上の濃度を示しているにも係わらず開発材の方が優れた高温酸化特性を示すのはSi添加によるSiO₂の酸化皮膜の形成とMC炭化物形成元素の添加によりM₂O₃酸化物の形成によりCr₂O₃酸化スケールの成長速度の抑制に影響したものと推測される。中村⁶⁾によるとNdなどのレアメタル (NdやPr) の添加は保護Cr₂O₃酸化スケールの生成のための核生成サイトとして作用するとの報告もあり、今回添加した特殊元素の添加が有効に作用したものと考えられる。

3.2.3 熱衝撃特性及び熱疲労特性

ロール表面には使用環境の中で通板時の摩擦発熱や鋼板の加工発熱が加わって大きな熱負荷が掛かる。その後、外部からの冷却やロール内部への熱拡散等によりロール表面が急冷される結果、ロール表層部に熱衝撃を受ける。本実験では、まず急激な温度変化による熱衝撃特性を簡易的に把握するため従来材と開発材との相対比較評価を行った。その結果をTable 7に示す。従来材と開発材共に500~800°C範囲では熱衝撃による表層部の1mm以上の熱衝撃によるき裂は観察されず、優れた熱衝撃特性を示した。一方、600°Cの温度条件で10サイクル繰り返しテストによる熱疲労特性を調べた、従来材と開発材共に表層のき裂は観察されず、同等レベルの熱疲労特性が確認された。

3.2.4 耐腐食性

ホットレベラーロールは一部のミルで腐食を主体とする摩耗が発生する場合があるので、複合サイクル試験による耐食試験を行った。腐食によるサンプル

Table7 Result of thermal shock test

Alloy	Test temperatures			
	500°C	600°C	700°C	800°C
Conventional	○	○	○	○
Developed	○	○	○	○

○:No crack initiation, ×:Crack initiation over 1mm.

ルの腐食減量と表面の状況をそれぞれTable8とFig.9に示す。Fig.9の外観写真から明らかのように3サイクルと6サイクルテスト材共に従来材である溶接材はビード部が局部的に優先腐食されており、時間の増加と共に腐食程度は明らかな差を示している。一般的にCr/C, Ni/C及びMo/C量の増加により耐食性が上昇すると報告⁷⁾されている。開発材の場合Ni及び特殊元素添加による改善はもちろん、MC形成元素の添加によりMC炭化物を生成することにより、マトリックス中への固溶C (Cバランス、開発材：-0.65従来材：-0.58) の減少をもたらすことが耐腐食性を大きく上昇させる要因の一つであると考えられる。

Table8 Result of salt spray corrosion test

Alloy		Conventional	Developed
Weight loss (mg/mm ²)	48hrs	0.0255	0.0061
	Ratio	1	1/4.2

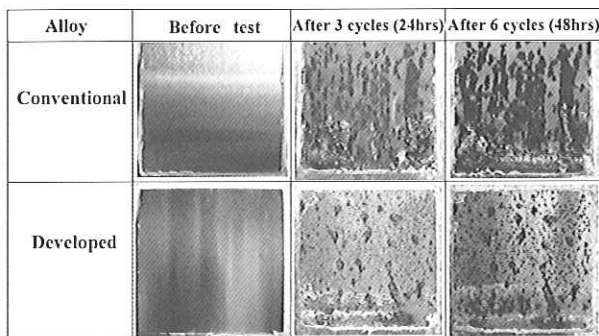


Fig.9 Photos showing result of salt spray corrosion test

3.2.5 熱間耐摩耗性

ロール素材の摩耗特性の評価は可能な限り実機ロールの使用条件に合わせた高温・長時間での評価が必要である。特に、13Cr系ステンレス鋼のように耐食性が優れた材質ほど化学的な摩耗の影響を実現するために長時間の評価が必要である。摩耗に影響する因子として、荷重(接触圧力)、回転速度、潤滑油の有無、テスト時間などが上げられる。今回は弊社が開発した熱間摩耗試験機を用い、上記の条件を同一にしてテストを行い、相対比較テストを行った。Fig.10に600°Cでの2時間、4時間でのテスト結果を示す。2時間の結果を見ると、開発材が従来材よ

り若干優れた結果を示した。それは、組織観察結果からも分かるように、開発材は従来材よりM23C6やMC析出炭化物量が多く分布すること及び残留γ量の差に起因するものと考えられる。末次ら⁸⁾のステンレス鋼の比摩耗量と析出物や基地組織との調査結果とよく対応する。Fig.11に600°Cでの2時間摩耗テスト後の表面観察結果を示す。従来材と開発材共に平滑な摩耗表面を示しており、従来材の方が若干酸化されたものと大きな差は観察されなかった。摩耗テスト時間を増加させた4時間材の場合、開発材と従来材の摩耗減量の差は大きくなっていることが分かった。それは、Fig.11の2時間摩耗後の表面観察からも予測できるように、開発材は耐腐食性が4倍以上優れることにより、時間増加と共に腐食摩耗が加わることに起因するものと推察される。実機レベルではもっと過酷な腐食環境で長時間曝される可能性が高く、高温使用中での酸化問題も加わるため開発材と従来材の寿命の差が大きく現われるものと考えられる。

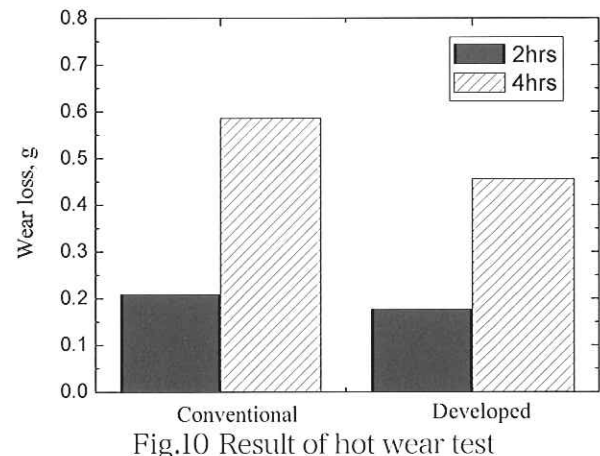


Fig.10 Result of hot wear test

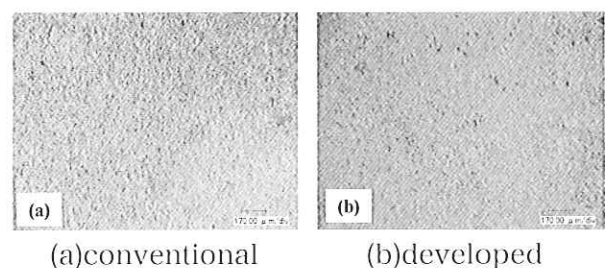


Fig.11 Worn surface of specimen after hot wear test in 600°C × 2hrs

3.2.6 耐焼き付き特性

ステンレス合金はCr添加量が高いほど焼付き易いことが知られているが、この理由に対してはまだ明確になっていない。非金属すなわち、炭化物、黒鉛などを多く含む物質の方が金属結合を起し難いことから焼付き性は改善されると知られている。一方、材質の硬さが低い金属は摩擦力により表層が塑性流動し易いことから焼付きし易いと知られている⁹⁾。Table9にすべり率を10%~60%範囲での

耐焼付きテストの結果を示す。従来材に比べて優れた結果を示している。それは、開発材の場合、添加元素による表面酸化層の性状の違いや析出炭化物の量が高いことから優れた焼付き性を発揮したものと考えられる。また、高温での硬さが高い開発材の場合、摩擦力によって表層が塑性流動し難い点や、表面の酸化膜が破れて新生面が現われ難いと共に変形による歪みが少ないため拡散し難いことも関係するものと考えられる。

Table9 Result of seize resistance test

Alloy	Sliding ratio (%)					
	10	20	30	40	50	60
Conventional	○	○	△	△	△	×
Developed	○	○	○	○	△	△

Notes, ○ : No seize initiation
 △ : Small area initiation
 × : Initiation in area over 50%

4. 結論

これまでに得られた試験結果を要約すると、次の通りである。

- 1) 開発材は合金成分の調整や熱処理による組織制御により残留γ量が極少化させることや析出硬化効果により、従来材よりも熱膨張特性が優れるとともに高温での機械的特性が優れる。
- 2) 開発材の高温酸化特性と耐腐食性は従来材よりそれぞれ6倍、4倍以上改善された。
- 3) 熱衝撃特性及び耐焼付き性の評価試験結果より開発材は従来材と同等以上の特性を示した。

- 4) 熱間耐摩耗性試験においても開発材は従来材以上の性能を示し、高温酸化特性と耐腐食性の改善効果や熱間での機械的特性の向上効果が加わることにより、総合判断として従来材より約2倍以上のライフ延長が期待される。

さらに下記のようなCPC製造法の特徴を生かすことにより硬化層のクラックまた剥離の心配やビードマークの転写の心配がないなど高機能高品質の鋼板製造に大きく寄与するものと考えられる。

- ① 指向性凝固の1層盛りであり、肉盛溶接ビード模様の出現がない。
- ② 1層盛りであることから、層中に脆化層の出現がない。
- ③ 肉盛速度は肉盛溶接の比ではなく、厚肉盛には極めて有利である。
- ④ 母材との接合は肉盛溶接同様に拡散接合であり接合強度は極めて高い。

参考文献

- 1) 桑野、大城、松田：鋳物、54(1982) 586
- 2) 桑野、大城、松田：鋳物、54(1983) 558
- 3) 沼、坂本、植田、斉藤：フジコー技報 No.6 (1998) 25
- 4) H.R. Habibi Bajguirani : Materials Science Engineering A338(2003) 142
- 5) A.Martinez-Villafane et al., : Materials Science Engineering A363(2003) 15
- 6) Y.Nakamura : Metallurgical Trans.,5 (1974) 909
- 7) 李、坂本、斉藤：フジコー技報 No.3 (1995) 26
- 8) T.Suetsugu et al., : CAMP-ISIJ 16(2003) 1406
- 9) 加藤：フジコー技報 No.3 (1995) 34

技 術 論 文

形鋼圧延ロールに適用した狭開先軸接合技術（第2報）

Narrow-Gap Shaft Welding Technology for Section Mill Roll Produced by CPC Process (No.2)



技術開発センター係長
大野 京一郎
Kyoichiro Ohno

技術開発センター主任
嵩 純孝
Sumitaka Take

山陽工場主任
尾崎 龍宏
Tatsuhiko Ozaki

要 旨

当社が独自で開発したCPCプロセスによるハイス鋼のロールは、クラッド厚を問わずに1層目盛が可能であるという特長を有し、これまで熱延・冷延帯鋼、棒鋼、線材あるいは平鋼用等の圧延ロールにおいて、非常に良好な耐用実績を収めている。現在これらのロールは、当社における主要な製品のひとつである。しかし、従来これらのロールは、主に複合体ロールとして製造していたため、長軸を有するものにおいては、1チャージで複数本採りが困難であった。最近CPCプロセスで製作したロールの胴部と軸部の合金鋼に、狭開先を施し接合する“狭開先軸接合技術”を提案し、実用化に成功した。そこで本稿では、実用化に向けて溶接材料の選定から、溶接部位における品質特性の確認、さらに実ロール形状の検証を実施したので、これらの結果を報告する。

Synopsis:

The CPC (Continuous Pouring process for Cladding) process, which FUJICO developed original, has the advantage that single-layer hardfacing is possible without limit of the cladding thickness. Specially, the high-speed steel composite rolls produced by the CPC process have been showing very excellent track record in the fields of hot and cold strip mill, wire rod, and bar. These rolls are one's of the main products in FUJICO at present.

However, it was difficult to obtain multiple takes per charge of operation in the case of rolls having long shaft because these rolls were manufactured as a mono-block roll. Recently, FUJICO has proposed for “the narrow-gap welding technology to joint steel shafts and core metal of the barrel section produced by the CPC process” and has succeeded in the practical application. In this paper, in order to practical application, we studied on the selection method of welding materials, confirmation of quality characteristics in the shaft welding area and carried out the verifications of the shapes on the practical rolls.

1 緒言

形鋼圧延において圧延材の高品質化と省力・省エネルギーを図るため、より過酷な圧延条件に耐え、かつ、長寿命のロール材が求められてきた。近年、多くの研究者らによって開発されたハイス鋼¹⁾は、従来使用したダクタイル鋳鉄やアダマイト鋳鉄に比して、耐摩耗性、耐肌荒れ性に優れ、数倍の寿命を有するロール材として、圧延材の品質や生産性の向上に大きく寄与している。

当社では、圧延用ハイスロールの製造は連続注入クラッド（CPC：Continuous Pouring process

for Cladding）法²⁾を用いている。製法の概要として、芯材は機械構造用炭素鋼や合金鋼を用い、高速度鋼は芯材の外周に客先のカーバー形状に対応すべく、数十mm程度被覆した後、機械的強度を向上させるため熱処理を施し、客先に提供している。これより、CPC法による圧延用ハイスロールは国内外で広く採用され、かつ、非常に良好な耐用を収めており、現在では当社の主要な製品のひとつとなった。

しかし、CPC法によるロールの製造は主に複合体であり、長軸仕様を有するロールは、製造1チャージにつき複数本採りが困難であり、客先の要

望に対応すべく、納期短縮および製造コスト削減に大変苦慮していた。

そこで、ロール胴部材の複数本採りを可能にするため、ロール胴部と軸部を分割し、高速回転アーク式自動溶接装置を用いた狭開先溶接法にてロール胴部と軸部とを接合することで、短納期で経済的なロール製造方法の実用化に成功した。

前報³⁾は、狭開先溶接法の概要および溶接部位の特長を主として報告したが、本稿では、実用化に向け、溶接材料の選定や機械的強度試験をより詳細に行った結果を報告する。

2 狭開先溶接法の技術説明

2-1 狭開先溶接法とは

狭開先溶接法はMalinの報告⁴⁾により、「アーク溶接法を用い、狭くて深い四角い溝の中で、他のビードの上にビードを置くようにして1層あたり一定ビード数にしていることを特長とした品質志向のビード置き方法」というよう定義されている。

日本では、高い作業能率に着目し、主に圧力容器や橋梁、重機械などの厚板溶接が多数採用されている。また、併行して溶接部位の品質面も大きく改善され、装置仕様やシールドガスの投入法の改良により、溶接装置も飛躍的に向上した⁵⁾。

当社では、数多くの狭開先溶接法の中で、CPC法で被覆したロール胴部の余長を短くでき、かつ、アークセンサを有し作業能率が高い、高速回転アーク式狭開先溶接法⁶⁾を採用した。

2-2 高速回転アーク式狭開先溶接法の原理について

高速回転アーク式狭開先溶接法の原理をFig.1に溶接装置をFig.2に示す。溶接ワイヤは電極ノズルの中心に送給され、通電チップの偏心孔によって偏心される。電極ノズルはベアリングを介して軸受けで支持され、電動モータで同一方向に高速回転される。

従って、ワイヤ先端のアークは、通電チップ孔の偏心量に対応した直径の円周状に単一の熔融池上を回転することになる。アークの高速回転は、アークの物理的効果を周辺に分散させ、ビード形成現象、ワイヤ熔融現象に顕著な効果を与えることが可能となる。

3 狭開先溶接部位の評価方法

本稿では、芯材仕様は従来のCPC法と同様にJIS-SCM材を使用し、溶接材料の選定を行った。溶接材料はSCM材の機械的強度を損なわないよう、Table.1に示す数種類の高張力鋼用ソリッドワイヤを使用した。

シールドガスは溶接時に発生するスパッタ量、アークの安定性、開先への過剰な溶け込みおよび形状を考慮して、Ar+20%CO₂混合ガスを使用した。

溶接試験はFig.3に示す、開先深さを120mm、開先形状をH型に機械加工を施したSCM材を準備した。施工は芯材を予熱後、各種溶接材料を溶接し

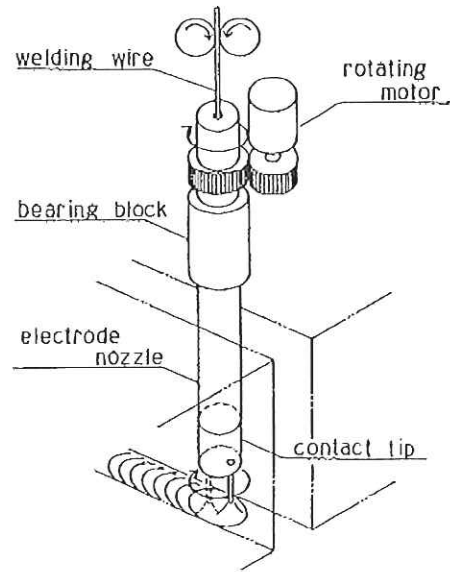


Fig.1 Rotating mechanism ⁶⁾

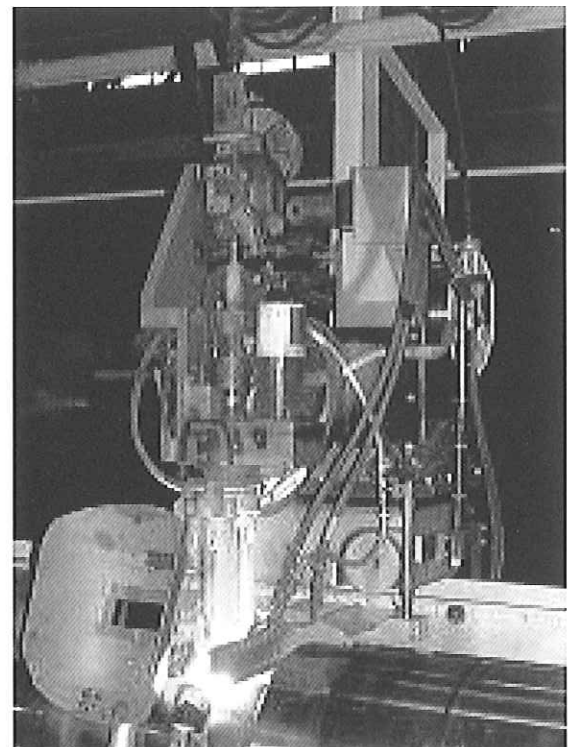


Fig.2 Narrow gap welding equipment with high speed rotating arc

Table.1 Welded materials of high tensile steel

Class N/mm ² (Kgf/mm ²)	Chemical compositions (wt%)						Mechanical properties		
	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	P.S. (N/mm ²)	T.S. (N/mm ²)	El. (%)
790 (80)	0.08	0.31	1.30	2.60	0.50	0.57	755	870	22
690 (70)	0.07	0.31	1.03	1.84	0.20	0.40	650	720	25
590 (60)	0.06	0.35	1.45	-	-	0.38	580	650	30

た。

溶接方法は開先内に溶接材料を被覆した後、溶接金属表面に付着したスラグや開先に付着したスパッタを各パス毎に除去した。溶接した試験材は超音波探傷検査(UT)にて品質確認を行った後、従来の圧延ロールの製法同様、熱処理を施し、機械的強度測定試験片を作成した。

機械的強度測定はJIS-Z3040 溶接施工法の確認試験方法に準拠し、引張試験と表曲げ試験を行った。引張試験はJIS-Z2201 4号試験片を作成後、50Ton万能引張試験機にて評価した。表曲げ試験はJIS-Z 3122に準拠した試験片を作成後、ローラー曲げ試験法にて評価した。

試験片は品質の健全性が確認するため、Fig.4に示す表層部位、中央部位、開先底部の3箇所から採取した。

なお、比較材は従来の芯材仕様であるSCM材単体と、ハイスロール適用前に使用されていたダクタイル鉄FCD材を適用した。

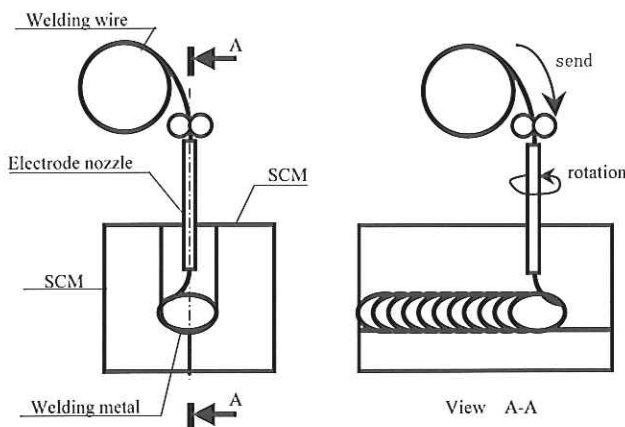


Fig.3 Method of welding test

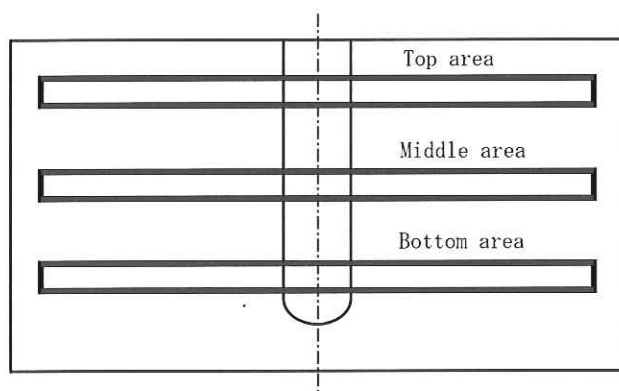


Fig.4 Collection position for test piece

4 溶接部位評価

本稿では、溶接材料を選定した後、溶接部位の品質が従来仕様同等であるかを確認するため、擬似欠陥を作成し、表曲げ試験を行った。

4-1 溶接材料の選定

溶接試験結果をTable.2に示し、溶接試験後の断面マクロ写真一例をFig.5に示す。ここで、超音波探傷試験結果の判定基準は当社の肉盛ロール判定基準である $\phi 0.5$ とし、無欠陥および判定基準以下の検出レベル以下を○、判定基準以上の検出を有したものを×と記した。

(1) 790N/mm²(80Kgf/mm²)級高張力鋼

まず、790N/mm²級高張力鋼では、超音波探傷検査では判定基準を満足しており、溶接部位は正常である。引張試験後の試験片をFig.6(a)に示す。結果、機械的強度はSCM材以上であり、破断は継手効率が1以上であるため、母材で生じていた。

しかし、表曲げ試験ではFig.7に示す、溶接金属と芯材との熱影響部で破断した。溶接開始直後の芯材は事前に予熱を行っているが、溶接直後熱による芯材への保温効果も少なく、熱影響部の冷却が早いいため、溶接金属や芯材よりも硬質なマルテンサイトが生成し、容易に破断したものと推察した。

ここで、著者はSCM材と同等の伸びがあれば、熱影響部でも破断しないと推察した。機械的強度の伸びに着目すると、790N/mm²級高張力鋼の伸びはSCM材より小さい。よって、熱影響部での伸びが引張試験での伸びより小さいと予測されるため、容易に破断したものの推察できる。

(2) 690N/mm²(70Kgf/mm²)級高張力鋼

次に、690N/mm²級高張力鋼では、超音波探傷検査は790N/mm²級高張力鋼同様、判定基準を満足しており、溶接部位は正常である。機械的強度はSCM材以上であり、機械的強度もSCM材とほぼ同等であり、伸びも同等であった。破断は継手効率が1以下であるため、Fig.6(b)に示す溶接金属部位で生じた。

表曲げ試験はどの試験片採取位置においても破断は生じていない。これより、最良な溶接材料である。

(3) 590N/mm²(60Kgf/mm²)級高張力鋼

590N/mm²級高張力鋼の機械的強度は、SCM材との比較では0.2%耐力と引張強さは共に20%以上減じており、FCD材との比較では0.2%耐力が同等であった。FCD材は過去の操業事例で軸の折損が発生しており、0.2%耐力がFCD材同等である590N/mm²級高張力鋼は適用し難い。

更に、表曲げ試験では伸びがSCM材より小さいため、790N/mm²級高張力鋼同様、溶接金属と芯材との熱影響部で破断したことより、不採用とした。

結果、690N/mm²(70Kgf/mm²)級高張力鋼が全ての評価試験でSCM材単体と同等な結果を得たため、溶接材料は690N/mm²級高張力鋼を採用した。

Table.2 Results of ultrasonic flow detection and tests for mechanical strengthes

Div.	Class (N/mm ²)	Ultrasonic flaw detection			Tensile test						Bend test			
		Judge-ments	Position of defects	Kind of defects	P.S. (N/mm ²)	T.S. (N/mm ²)	El. (%)	Rd. (%)	Fracture position	Joint efficiency	TP position collected	Judge-ments	Fracture position	Initiation of the fracture
Narrow-gap welding	790	○	—	—	640	810	16	42	Base plate (SCM)	1.03	T	○	—	—
											M	×	HAZ	—
											B	×	HAZ	—
	690	○	—	—	640	716	17	57	Weld metal	0.91	T	○	—	—
											M	○	—	—
											B	○	—	—
	590	×	① Center of weld zone ② Bond between weld metal and base plate (SCM)	Inclusion by slag	450	604	11	42	Weld metal	0.77	T	×	Center of TP	Slag inclusion
											M	○	—	—
											B	×	HAZ	—
Compared materials	SCM	—	—	—	610	785	17	39	—	1.00	T	○	—	—
											M	○	—	—
											B	○	—	—
	FCD	—	—	—	450	505	2	0.25	—	—	T	×	Center of TP	El. Shortage
											M	×	Center of TP	El. Shortage
											B	×	Center of TP	El. Shortage

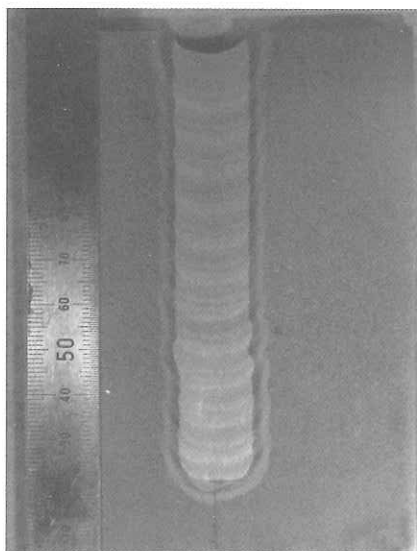
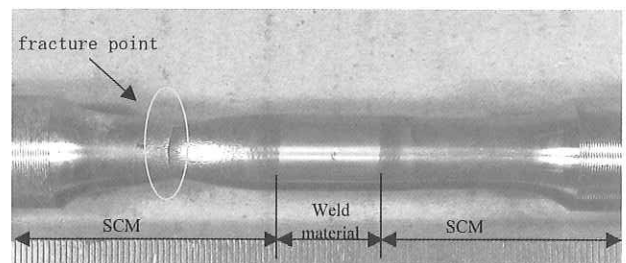
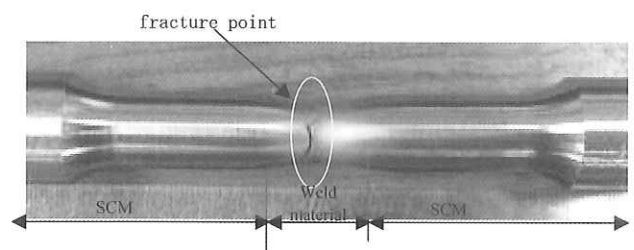


Fig.5 Macrostructure of weld section (690N/mm² class high tensile steel)



(a) 790N/mm² class



(b) 690N/mm² class

Fig.6 Tensile test piece after fracture

4-2 擬似欠陥による溶接部位の品質評価

溶接金属中の欠陥は、施工中各溶接パス毎にスラッグ除去を施しても、Fig.8に示すように微小ながら残存しやすく、この欠陥が応力集中の起点となり破壊を生じやすい。

そこで、溶接部位の健全性を把握すべく、擬似欠陥を溶接金属中央部位もしくは溶接金属と芯材との熱影響部位に作成し、表曲げ試験を行った。なお、この評価試験でも比較材としてSCM材単体を使用、擬似欠陥の大きさは表曲げ試験片の溶接部位断面積から欠陥の面積率で決定した。表曲げ試験の結果をTable.3に示す。

結果、溶接部位は比較材と比して、破断位置、破断荷重共に同等の結果を得ることができ、溶接部位の健全性が従来の芯材と同等であった。

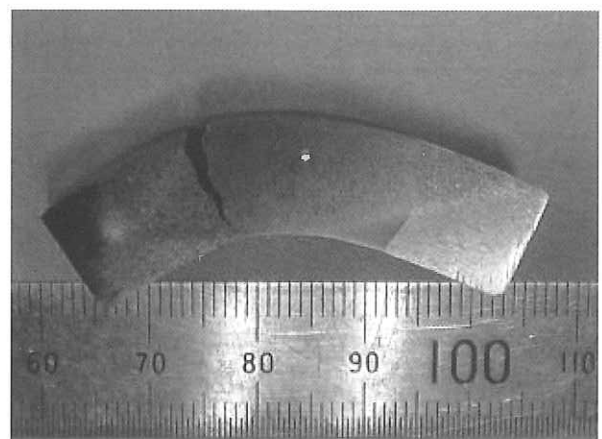


Fig.7 Bend test piece after fracture

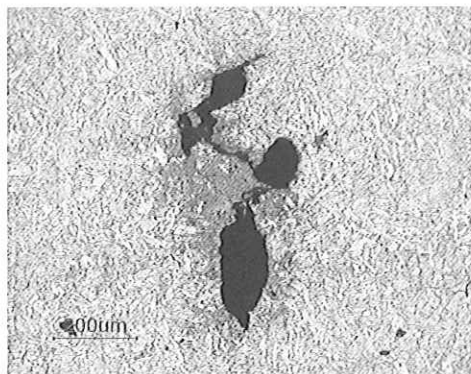


Fig.8 Welding defect

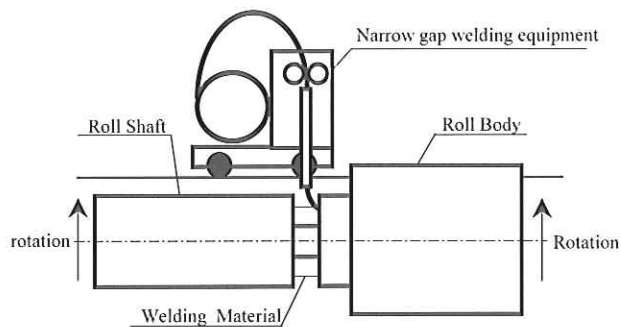
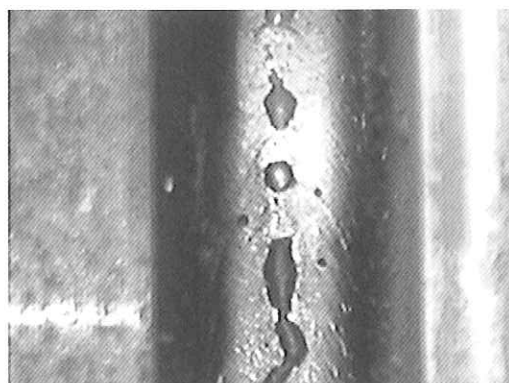


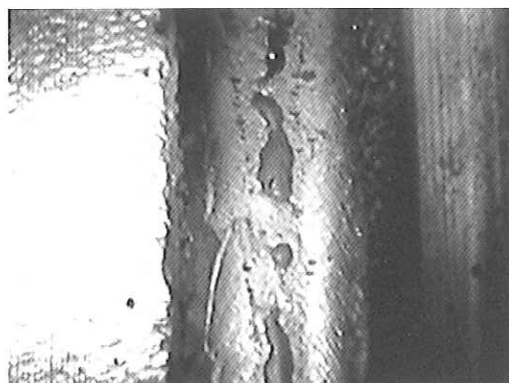
Fig.9 Outline of roll test

Table.3 Results of bend test for T.P. with pseudo-defect

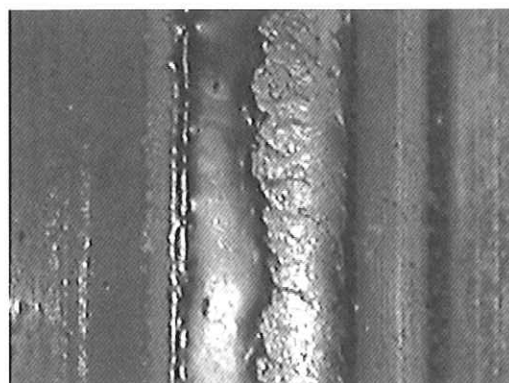
Div.	Position of pseudo-defect	Outside dia. of pseudo-defect (Φ)	Area ratio of pseudo-defect (%)	Judgment results	Initiation of fracture (P. D. : Pseudo-Defect)	Fracture load (kN)
Narrow-gap welding	Center of weld metals	1.4	1	○	—	61.2
		3.2	5	×	P. D.	35.3
		4.5	10	×	P. D.	25.3
		6.4	20	×	P. D.	18.4
	Bond between weld	1.4	1	○	—	61.4
		3.2	5	×	P. D.	38.7
		4.5	10	×	P. D.	27.7
		6.4	20	×	P. D.	20.9
Compared materials (SCM)	Corresponding position to center of weld metal	1.4	1	○	—	60.8
		3.2	5	×	P. D.	34.5
		4.5	10	×	P. D.	27.6
		6.4	20	×	P. D.	18.2
	Corresponding position to Bond	1.4	1	○	—	59.7
		3.2	5	×	P. D.	38.8
		4.5	10	×	P. D.	32.0
		6.4	20	×	P. D.	21.3



(a) 10 layer



(b) 20 layer



(c) 30 layer

Fig.10 Appearance of weld material

5 実ロール形状での検証試験

上記結果より、Fig.9に示す実ロール形状で狭開先溶接を検証した。ここで、検証試験で溶接施工中にスラグ除去を連続的にできるように新たに治具を考案した。また、一定速度で溶接するため、ロール回転装置をインバータで一周毎に回転数が制御できるよう、装置仕様を見直した。

施工途中の溶接ビード外観をFig.10に示す。本来、スラグは溶接ビード表面全体に付着していたが、考案した治具の効果でスラグは大きく除去され、溶接ビードの清浄化が可能になった。

溶接後、超音波探傷検査をした結果、社内判定基準を満足した。これより、狭開先軸接合技術が確立され、実用化された。

6 結言

本稿では形鋼圧延ロールに適用した狭開先軸接合技術として、ロール胴部と軸部に狭開先加工を施し、開先内を多層肉盛りすることで、CPC法によって被覆したロール胴部の多数本採りを検討した。

溶接評価試験結果を要約すると、以下のとおりである。

- (1) 溶接材料の機械的強度を測定した結果、 690N/mm^2 (70Kgf/mm^2)級高張力鋼が従来のSCM材単体と同等な結果を得たため、形鋼圧延ロールでの狭開先溶接の溶接材料は 690N/mm^2 級高張力鋼が最良である。
- (2) 擬似欠陥を作成した溶接部位の機械的強度は、従来のSCM材単体と破断位置、破断荷重ともに同等な結果を得た。よって、溶接部位は従来のSCM材と同等の品質を得た。
- (3) 連続的に溶接ビード表面に発生したスラグを除去可能な治具を設置し、実ロール形状で溶接を施した。超音波探傷検査をした結果、社内判定基準を満足する結果を得た。

現在、特許審査中である本接合技術は多くの形鋼

圧延ロールに適用されており、使用用途が拡大している。今後は、他設備で使用されているロールで適用可能か検討していく。

参考文献

- 1) 例えば、橋本光生：圧延ロール用多合金系白鉄における炭化物の解析，フジコー技報No13(2005),p25-p34
- 2) 例えば、尾崎健一：CPC法による大型形鋼圧延ロール，フジコー技報No11(2003),p56
- 3) 大野京一郎ほか：形鋼圧延ロールに適用した狭開先軸接合技術，フジコー技報No10(2002),p48-54
- 4) V.Malin：Monograph on Narrow-Gap Welding Technology,WRC Bulletin 323(1987)
- 5) 堀勝義，羽田光明：狭開先アーク溶接，溶接学会誌 第68巻(1999)第3号,p41-p59
- 6) 杉谷祐司：高速回転アーク自動溶接技術，金属Vol.65(1995)No.10,p879
- 7) 溶接学会編：溶接・接合技術概論，産報出版(2000)，p109

技術論文

酸素・Airミキシング装置を用いたHVOF溶射による高活性材料の皮膜特性

Characteristics of the High-Activated Materials Coatings Produced by the HVOF
Spraying with Oxygen and Air Mixing Equipment.



技術開発センター主任
野村 大志郎
Daishiro Nomura

技術開発センター係長
古田 博昭
Hiroaki Furuta

技術開発センター主任
樋口 友彦
Tomohiko Higuchi

要旨

高速フレイム溶射(HVOF)法のフレイム温度は、通常、2000～2600℃である。そのため、特に高活性・低融点材料を用いた施工において、材料の酸化や窒化、又、スピittingにより、皮膜の特性および施工性は低下する。そこで、当社では高圧酸素中に高圧空気をミキシングすることにより、酸素量を調整し、燃焼温度の制御可能な溶射装置を開発した。本研究では、この溶射装置を用いて温度制御下で溶射することにより、皮膜特性に及ぼす酸化・窒化の影響について調査した。ここで材料は、特に高温域で雰囲気の影響を受けやすいTi、また溶射材として広く用いられているSFNi5粉体を使用した。ミキシング装置を用いることで、材料の酸化が抑制され、その結果、皮膜中における気孔率は減少した。

Synopsis:

The flame temperature in the high-velocity thermal oxygen fuel (HVOF) spraying rises usually near to 2000℃～2600℃. Specially, in the spraying coating using the high activity low-melting-point materials, the characteristics of coatings and spraying workability are lowered by the oxidation and nitriding, or spitting of the materials. FUJICO has developed the new type HVOF spraying apparatus that can control the optimum flame temperature for the thermal spraying materials undergoing change of the oxygen concentration by doing the mixing of the high-pressure air in the high-pressure oxygen. In this paper, we investigated on the effects of oxidation and nitriding on the characteristics of spraying coatings by using the new developed spraying apparatus. Then, the spraying materials were used Ti powders that is especially easy to receive the effect of the atmosphere in the high temperature range and SFNi5 that is widely used as the spraying coating materials. As the result, it was confirmed that the oxidation of materials was suppressed and the porosity in the thermal spraying coatings was decreased.

1はじめに

1-1溶射法について

溶射法とは、熔融状態に加熱した材料粒子を基材表面に吹きつけ皮膜とする表面改質技術の一種である。溶射法の特長として、以下の点が挙げられる。①材料の選択肢が広い：メッキ法では不可能な、セラミックス、プラスチック、ガラス材料のコーティングが可能。②基材の材質に対する選択範囲が広い：化学蒸着法(CVD法)などと異なり基材自体を高温加熱する必要のない事、またメッキ法のように液体に浸漬する必要がないことによる。③皮膜形成速

度が高い：原子あるいは分子レベルで成膜する化学蒸着法(CVD)や物理蒸着法(PVD)に比べ、溶射法は溶融粒子の積層により成膜される。

代表的な溶射法として、燃焼エネルギーを利用したフレイム溶射、高速フレイム溶射法、電気エネルギーを利用したプラズマ溶射法、アーク溶射法がある。この内、燃料として酸素、灯油を利用する高速フレイム溶射(HVOF)はフレイム溶射において飛行粒子の速度を大幅に高くし、強い衝撃力をもって溶射膜を成形させる溶射法である。このため、溶射膜は基材との密着性、緻密性に優れている。¹⁾

1-2 酸素・空気ミキシング型溶射装置について

高速フレイム溶射機には、酸素と燃料を使用するHVOF(High Velocity Oxygen Fuel)と、HVAF(High Velocity Air Fuel)がある。HVOFに比べHVAFの燃焼温度は比較的低いいため、高融点材料を用いた溶射では、材料の軟化が不十分となり、その結果、多数の気孔を有する皮膜になりやすい。また、HVOFはそのフレイム温度が通常、2000～2600℃であるため、特に高活性、低融点材料を用いた溶射では、皮膜の酸化・窒化が問題になる。また、スピットングにより、皮膜の特性および施工性は低下する。

HVOFにおいて、フレイム温度を低下させるためには、①灯油量を減少させる②酸素流量を増加させる、事が必要である。しかし、①の場合、燃焼圧の低下と共に、フレイム速度が低下する。また②の場合、過剰酸素により、皮膜の酸化は促進すると考えられる。

そこで、当社では高圧酸素中に高圧空気をミキシングすることにより、酸素量を調整し、燃焼温度の制御可能な溶射装置を開発した。上記②の過剰酸素を窒素に置換することにより、皮膜の酸化を抑制し、かつ、フレイム速度の低下を抑制することが可能になると考えられる。

1-3 Ti溶射、SF-Ni5溶射について

Tiの一般的特性として、①比重が4.51と軽い。②強度が高く、非強度は金属材料中最大③特に海水に対して、耐食性に優れる④熱膨張係数が小さい等が挙げられる。²⁾その優れた性質により、宇宙・航空機器用材料、原子力工業や化学工業におけるプラント用材料、建築材料、医療材料、船舶材料など幅広い分野で使用される。³⁾そのTi溶射において、気孔等の欠陥が多い。皮膜の組成変動が多い等の問題がある。

自溶合金溶射は、一旦溶射した皮膜に熱を加える事により、再溶融し、基材との間に合金層を持った無孔性の皮膜を作ることに特色がある。特にSF-Ni5膜の特性として、硬度が高く、比較的高温においても硬度の低下は少ない。無孔質であるため耐食性に優れている。この性質により、腐食と摩耗が同時に進行する機械部品等に幅広く使用されている。⁴⁾

2 試験方法

2-1 溶射条件

酸素・空気ミキシング装置を用いて、溶射試験を行った。ここで、溶射条件は、主に以下の3条件で行なった。

HVOFにおいて、灯油と酸素は以下のように燃焼する。実際には、CO、C等も生成されるが、簡潔に説明するため、今回は副生成物について無視した。 $C_{12}H_{26}(l)+18.5O_2(g)\rightarrow 12CO_2(g)+13H_2O(g)$

条件1：酸素リッチ条件。燃焼前 $C_{12}H_{26}(l)$ 、 $O_2(g)$ →燃焼後 $CO_2(g)$ 、 $H_2O(g)$ 、 $O_2(g)$ が生成、残存する。Tiのような高活性材料を溶射材として選択した

場合、高温下で過剰に残存する $O_2(g)$ により、材料の酸化が懸念される。

条件2：灯油と酸素を理論燃焼比条件で溶射。燃焼前 $C_{12}H_{26}(l)$ 、 $O_2(g)$ →燃焼後 CO_2 、 H_2O が生成される。燃焼後に酸素が残存しないため、材料の酸化を抑制することが可能であるように推定できる。しかし、この場合燃焼後に存在するガス量(mol)が少ないためフレイム温度は条件1に比べ増大する。HVOFは大気雰囲気下で溶射するため、材料の過剰加熱は雰囲気下の反応により、酸化を助長すると考えられる。

条件3：高圧酸素中に高圧空気をミキシングし、かつ灯油と酸素を理論燃焼比条件で溶射。燃焼前 $C_{12}H_{26}(l)$ 、 $O_2(g)$ 、 $N_2(g)$ →燃焼後 CO_2 、 $H_2O(g)$ 、 $N_2(g)$ が生成、残存する。この場合、条件1に比べ、フレイム中の酸素濃度の著しい減少が期待できる。また、条件2に比べ、窒素ガスによるフレイム温度の低下により、酸化を抑制できると考えられる。

Ti粉体、SFNi 5粉体をSPCC材上に溶射法により、コーティングした。溶射法は温度可変型の酸素・Airミキシング装置を組み合わせたHVOFを用いた。溶射条件は、灯油量を一定とし、酸素流量、Air流量を調節することにより、酸素リッチ条件、理論燃焼比条件(Air混合率0%、30%、50%)とした。また溶射ガンのバレルとして4インチ、2.5インチの2種類を用いた。以上溶射条件によりフレイム中の雰囲気および温度、またフレイム速度を制御した。溶射条件をTable1に示した。種々の条件において、皮膜特性変化について検討した。皮膜特性は、X線回折法による定性分析、ビッカース硬度計を用いた皮膜硬度測定、断面観察による組織・気孔率評価、また、Ti膜に関しては、酸素・窒素濃度測定装置を用いた、酸素・窒素の定量分析により評価した。

Table 1 Spraying Conditions

Sprayed materials	Air mixing ratio(%)	Mixing ratio of kerosene with oxygen	Barrel
Ti	0	O ₂ rich	4
Ti	0	O ₂ rich	2.5
Ti	0	Stoichiometry ratio	4
Ti	0	Stoichiometry ratio	2.5
Ti	30	Stoichiometry ratio	4
Ti	30	Stoichiometry ratio	2.5
Ti	50	Stoichiometry ratio	4
Ti	50	Stoichiometry ratio	2.5
SF-Ni5	0	O ₂ rich	4
SF-Ni5	0	O ₂ rich	2.5
SF-Ni5	0	Stoichiometry ratio	4
SF-Ni5	0	Stoichiometry ratio	2.5
SF-Ni5	30	Stoichiometry ratio	4
SF-Ni5	30	Stoichiometry ratio	2.5
SF-Ni5	50	Stoichiometry ratio	4
SF-Ni5	50	Stoichiometry ratio	2.5

3 試験結果および考察

3-1 Ti膜の特性

3-1-1 X線回折法による特性評価

Fig.1に4インチバレルを用いた際の各溶射膜のXRD測定結果を示した。酸素リッチ条件の溶射膜は、Ti、TiO、TiN_{0.3}の混合相であった。これは、理論燃焼条件(Air混合率0%)においても同様であった。一方、理論燃焼条件(Air混合率30%、50%)において、上記2条件と比較して、顕著にTiのピーク面積の増大、TiOのピーク面積の減少が観察された。Air混合により、Tiの酸化が抑制されたと予想できる。また、Air混合時、若干TiN_{0.3}のピーク面積が増大した。フレーム中の過剰な窒素により窒化が促進したと考えられる。

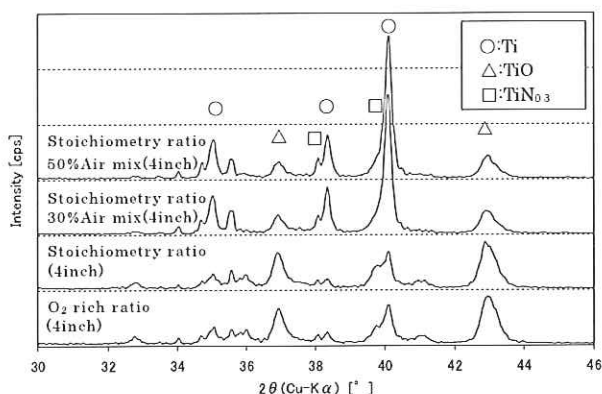


Fig. 1 XRD result of Ti spraying coatings

Fig.2に完全燃焼条件(Air混合率50%)において、4インチ、2.5インチのバレルを用いた溶射膜のXRD測定結果を示した。4インチに比べ、2.5インチの溶射膜は、TiO、TiN_{0.3}のピーク面積が減少した。2.5インチを用いることにより、酸化、窒化が抑制されたと考えられる。この事からTiの酸化、窒化が主にフレーム温度の高いバレル内およびバレル出口近傍で起きていると予想される。2.5インチを用いた際には、粉体が溶射バレルに滞留する時間が短い為、酸化、窒化が抑制できたと考えられる。

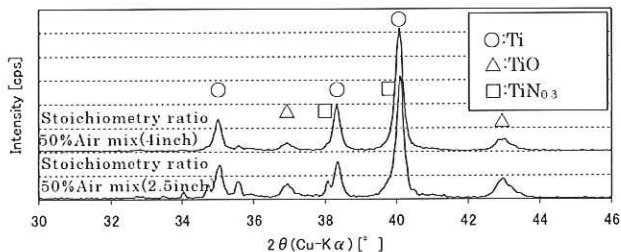


Fig. 2 XRD result of Ti spraying coatings

3-1-2 Ti膜の酸素・窒素濃度測定

Ti膜の酸化・窒化の傾向を調べるために、皮膜の酸素・窒素濃度を測定した。酸素濃度の測定結果をFig.3に、窒素濃度の測定結果をFig.4に示した。皮膜の酸素濃度はAir混合量を増加することにより、低減した。さらに4インチに比べ、2.5インチのバ

レルを用いることにより、酸素濃度は更に低下した。この時、酸素濃度は6.75%であった。皮膜の窒素濃度は、Air混合量を増加することにより、低減した。XRD測定から、Air混合量を増加することによりTiN_{0.3}のピーク面積の増大が観察されていたが、皮膜全体の窒素濃度は低下していた。これは、フレーム中の低い酸素濃度の結果、Ti(N,O)の形成を抑制できたことに起因していると考えられる。さらに酸素濃度と同様、4インチに比べ、2.5インチのバレルを使用することにより、窒素濃度は低下し、0.73%であった。

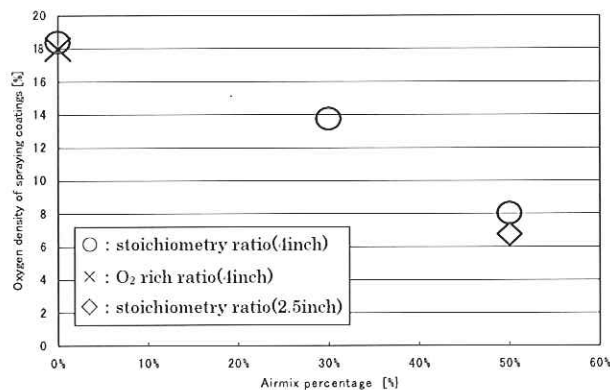


Fig. 3 Oxygen density of Ti spraying coatings

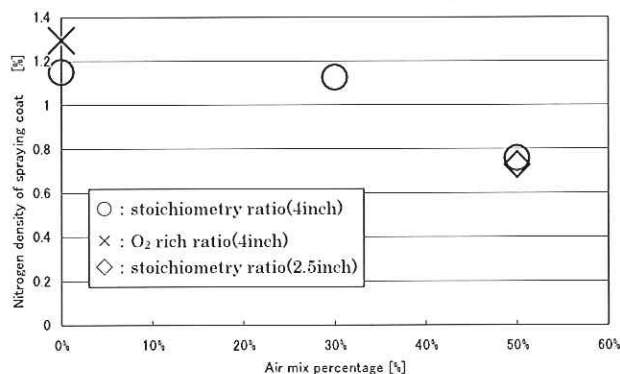


Fig. 4 Nitrogen density of Ti spraying coatings

3-1-3 Ti膜のピッカース硬度測定

Ti膜の硬度を測定したところ、酸化・窒化量の少ない材料ほど、低い硬度を示した (Fig.5)。Air未混合時の高い硬度はTiの酸化物・窒化物によると考えられる。

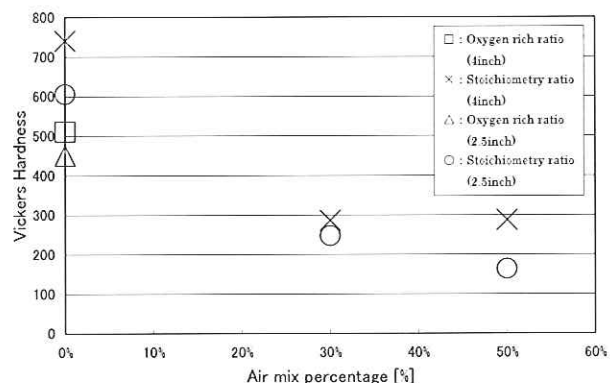


Fig. 5 Vickers hardness of Ti spraying coatings

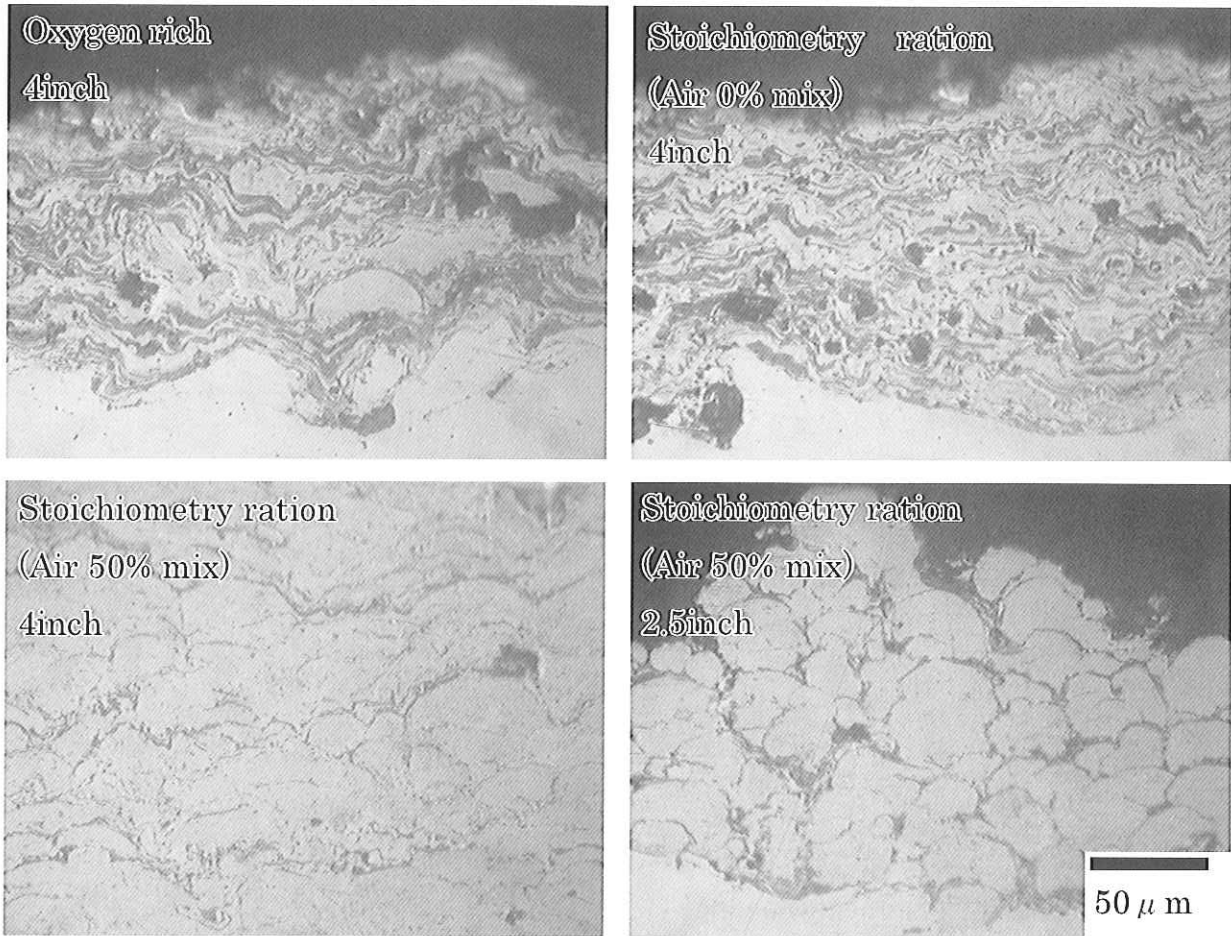


Fig.6 Section observation of Ti spraying coatings

3-1-4 Ti膜の光学顕微鏡による断面観察

光学顕微鏡による断面の観察結果をFig. 6に示した。Air混合皮膜は、未混合皮膜に比べ、顕著に酸化・窒化物が少なかった。また、Air未混合皮膜は、気孔が多数観察されたのに対し、Air混合皮膜の気孔は比較的、小さく、かつ少数であった。また、2.5インチに比べ4インチバレルを用いた皮膜がより緻密になっていた。4インチバレルを用いた際、基材衝突時の粒子速度はより高速であり、かつ、粒子温度はより高温である。このため、粉体は溶融し、基材衝突時には、大きく扁平する。⁵⁾この結果、気孔率が低下したと考えられる。

3-2 SFNi 5膜の特性

3-2-1 X線回折法による特性評価

XRD測定から、いずれの皮膜も同様の回折ピークを示し、材料に顕著な酸化・窒化は見られなかった。これは、材料の優れた耐酸化・窒化性によると考えられる。

3-2-2 SFNi 5膜のビッカース硬度測定

皮膜は2.5インチに比べ、4インチを用いることにより、高い硬度を示した (Fig. 7)。これは、Tiと同様に気孔率低下に起因すると考えられる。

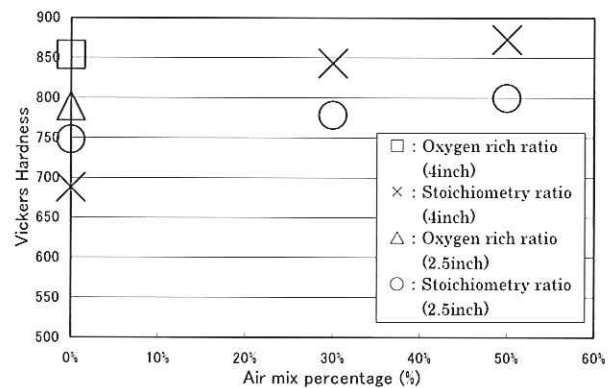


Fig. 7 Vickers hardness of SFNi 5 spraying coatings

3-2-3 SFNi 5膜の光学顕微鏡による断面観察

光学顕微鏡による断面観察結果をFig. 8に示した。Air50%混合条件において、皮膜はより緻密になっていた。それに伴い、酸素リッチ条件に比べAir混合条件(50%)の硬度は、4インチ、2.5インチとも若干、増加した。

3-2-4 SFNi 5膜の歩留まり

SFNi 5粉体を用いた溶射試験の際、Air50%混合条件において、歩留まりは、若干、低下した。これは、Tiを用いた際には、見られなかった。この時、Air未混合条件で酸素の流量を同等にした際に比

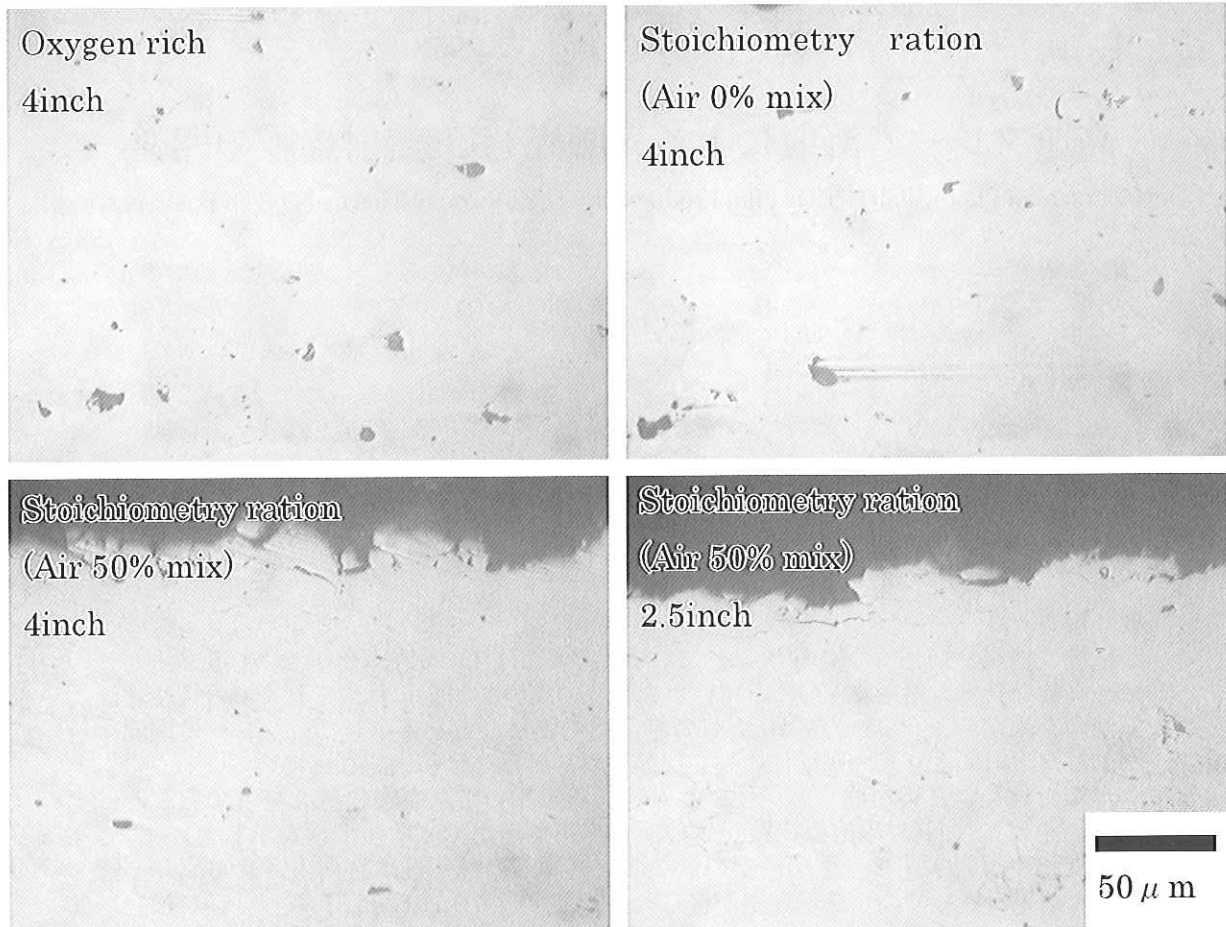


Fig. 8 Section observation of SFNi 5 spraying coating

べ、若干低い燃焼圧を示したことから、50%混合時、酸素とAirが均一に混合しなかったのではないかと考えられる。Airが50%以上混合されたため、燃焼条件は灯油リッチになり、その結果、フレーム温度が適正温度より、低くなったため、歩止まりが低下したと推測される。

4 総括

酸素・Airミキシングを用いることで、Tiのような高活性材料について、酸化を大幅に低減できた。また、その際懸念された窒化について、Airミキシング有・無で差は無かった。このことから、酸素・Airミキシング装置の有用性を示すことができた。この時、皮膜中の酸素濃度は最小で6.75%、窒素濃度は最小で0.73%であった。今回の試験において、燃料としての灯油を固定した条件で溶射試験を行ったが、今後、酸素・Airと灯油の使用量を調節

し、フレーム温度、フレーム速度を制御することにより、酸化・窒化を抑えた皮膜を作製できると考えられる。また、SFNi 5のような耐酸化・窒化に優れた材料においては、皮膜の酸化・窒化に対するミキシング装置の影響は観察されなかった。しかし、このような材料であっても酸素・Airミキシングを用いることで、酸素コストの低減が可能であると考えられる。

参考文献

- 1) 上野 和夫：溶射技術入門,(2006),1.
- 2) 佐藤 廣士,山口 英俊：実用表面改質技術覧,(1993),271.
- 3) 伊藤 征司郎：実用表面改質技術総覧,(1993),113.
- 4) 工藤 唯輔：表面処理技術総覧,(1988),824-825.
- 5) 五日市 剛：サーメット溶射の最新技術,フジコー技報「創る」,10(2002), 24-25.

高速フレイム溶射による光触媒TiO₂溶射皮膜の開発

Development of Photocatalyst TiO₂ Film Produced by High-Velocity Thermal Oxygen Fuel Spraying



技術開発センター主任

樋口 友彦

Tomohiko Higuchi

技術開発センター主任

野村 大志郎

Daishiro Nomura

技術開発センター係長

古田 博昭

Hiroaki Furuta

要旨

抗菌、消臭、防汚などに利用されている光触媒用TiO₂を固定化(成膜)する方法として、高速フレイム溶射(HVOF)を用いた光触媒の皮膜を開発した。これまでの特性評価試験の結果から、TiO₂の高温における結晶系の転移などを考慮して、フレイム温度を制御した溶射により光触媒活性の高い皮膜の得られることが確認されている。

本報では、より実用的な循環型の水処理装置を用いて、有害物質を分解することにより、開発したTiO₂の溶射皮膜が水の浄化作用へ適用できる可能性を示した。また、この皮膜の超親水性を、熱交換器の伝熱面へ応用し、熱伝達率を向上させる試みを行った結果、極めて高い熱伝達率が得られることを明らかにした。

Synopsis:

Fujico has developed the photocatalyst film of TiO₂ that produced by the high-velocity thermal oxygen fuel (HVOF) spraying apparatus as the immobilization method of TiO₂ and has been using with the aim of antimicrobe, deodorization, and antifouling. From test results on the characteristic evaluation of the film, we have confirmed that the film having high photocatalyst activity could be obtained by the control of the frame temperature in the HVOF spraying considering the transition of TiO₂ crystal system. In this paper, it was confirmed that the developed spraying film has made it possible to be applied on the water purification by decomposition of the harmful substance using the water treatment equipment of practical cycloid type. Also, the super hydrophilicity of this film was applied to the heating surface of heat exchanger, and it was clarified from the test result of application trial that the very high heat transfer coefficient was obtained by using developed the photocatalyst film.

1. 緒言

光触媒には一般的にTiO₂が使用されている。紫外線照射を受けるとTiO₂は電子が励起しe⁻とh⁺ができる。これに大気中のO₂やH₂Oが反応しTiO₂表面に活性酸素種(・OH、O₂⁻など)を発生させる。これら活性酸素種の酸化・還元反応によって有機物を分解する。また、TiO₂表面の疎水性物質の分解と、表面構造の変化による表面水酸基の増加によって超親水性と呼ばれる高い親水性を示す。これらの光触媒の有機物分解能と超親水性は抗菌、抗カビ、環境浄化フィルター、外壁の防汚、曇り止め、気化熱による室温冷却などに利用されている。

TiO₂は粉末の状態が一般的である。すなわち、

TiO₂をさまざまな用途に使用するためにはその粉末を基材に固定しなくてはならない。最も多く、実用化され用いられている固定化方法は湿式法である。スプレーコーティング(噴霧)、スピンコーティング(回転引き延ばし)、プリンティング(塗布)、ディップコーティング(漬け込み)などによって基材にTiO₂を含むゾル溶液をつけ、乾燥・熱処理を行うことによって成膜する。乾燥のみで熱処理を行わないものもあるが強度、密着性に劣る。また、実用化はほとんどされていないが溶液を用いない乾式の固定化法としてスパッタリング法、化学蒸着法、溶射法などがある。当社では乾式の溶射法を用いてTiO₂皮膜の開発を行った。

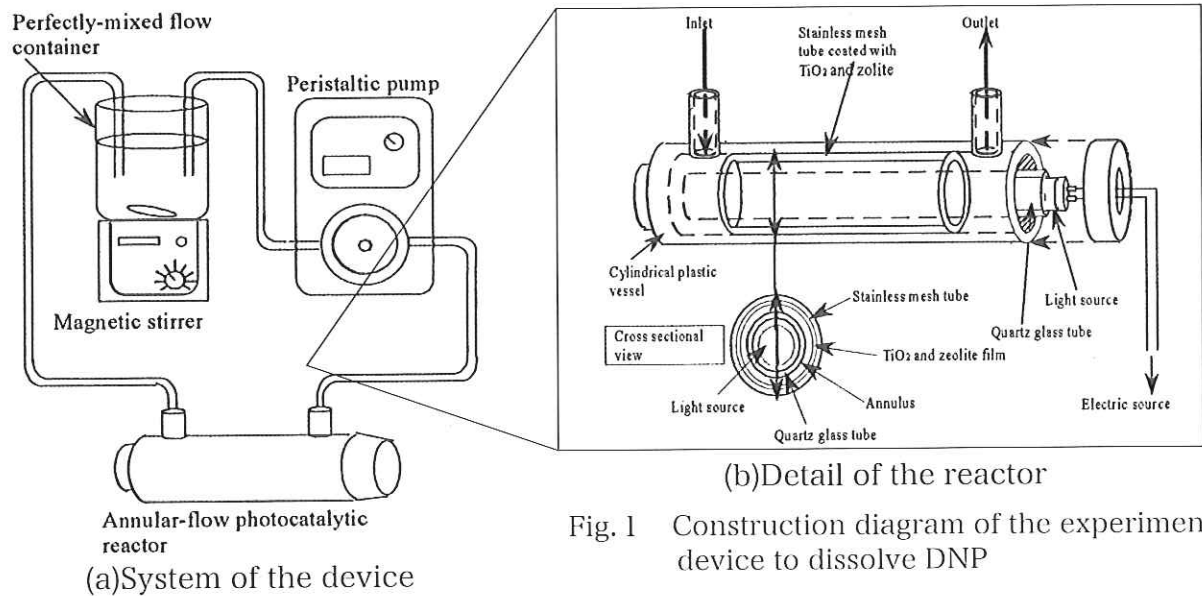


Fig. 1 Construction diagram of the experimental device to dissolve DNP

TiO₂には正方晶系のルチル型、アナターゼ型および斜方晶系のブルッカイト型の3種の結晶系が存在する。この3種の中でもアナターゼ型が有機化合物の分解活性が最も高いといわれている。しかし、低温安定型であるアナターゼ型は800℃以上の加熱により高温安定型のルチル型へ転移を生じることから、溶射法をTiO₂成膜に適用するには溶射フレームの温度を制御し、TiO₂粒子への入熱量を抑制する必要がある。このような問題点を解決して開発されたTiO₂皮膜は前回技報(2005 フジコー技報 No.13 P43)より、高い有機物分解活性と優れた親水性を示すことが確認された。

今回の報告では回分循環式の光触媒反応実験装置によるDNP分解と並列管型光触媒反応容器によるホルムアルデヒドの分解試験によって水浄化や空気清浄への実用化への可能性を探った。また、プール沸騰試験、流下液膜蒸発試験によって光触媒の超親水性が熱流束、熱伝達におよぼす影響について調査した。

2. DNP分解試験

2-1 実験器の構造

反応器の構造は石英ガラス管(内径20、長さ220mm)によって保護された光源が円筒形プラスチック容器の中心に配置され、内面にTiO₂と吸着材の混合溶射によってコーティングされたステンレスメッシュ(190×88mm 線径0.2mmをロール状にしたもの)をプラスチック容器内壁に密着するように挿入した。分解対象の溶液が石英ガラス管とステンレスメッシュの間に形成された2mm幅の環状路を通過することにより光触媒反応による有機物分解反応が起こる。反応器内容積は約 $7 \times 10^{-5} \text{m}^3$ 。

2-2 実験方法

図1のように回分循環式の構造をとり、10ppmに調整した2,4-ジニトロフェノール(DNP)C₆H₄N₂O₅水溶液500mlを流して光触媒反

応により分解する。DNPは染料廃液として問題となっている物質で皮膚から容易に吸収され、大量発汗、衰弱、最悪の場合死に至り、1ppmで大腸菌も生息できないほど有毒である。DNP濃度の測定は波長550nmにおける吸光度を測定し、その値から求める。吸着材としてアパタイト、活性炭、ゼオライトを用いて様々な流速での分解速度を求めた。

2-3 実験結果

まず、5%ゼオライト担持とゼオライトなしのTiO₂皮膜のステンレスメッシュを用いて様々な流速でDNP溶液を分解した結果を図2に示す。

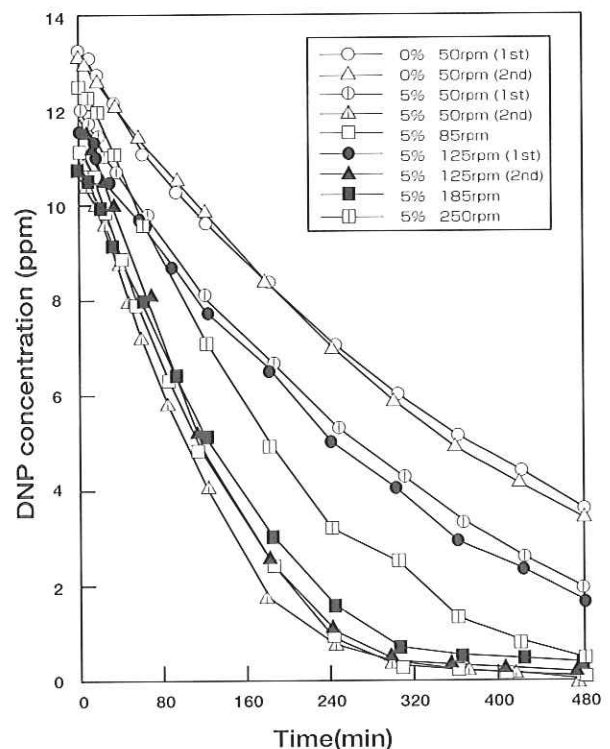


Fig. 2 Test results for the dissolution of DNP the various flow rate

5%ゼオライトTiO₂皮膜、TiO₂皮膜の双方で時間経過と共にDNP濃度が低下した。ゼオライト担持皮膜に注目してみると、流速を50rpmで行った試験結果が最も分解が速いことが分かる。TiO₂単体の皮膜で50rpmの流速の試験を行うと、ゼオライト担持に比べて分解が遅くなっていることが分かった。これにより、ゼオライトの吸着効果が分解性能に影響を及ぼしていることが確認された。また、50rpmにおいて最大の性能を発揮することが分かった。

次に、TiO₂単体、3%ゼオライト担持、5%ゼオライト担持、10%ゼオライト担持、5%活性炭担持の溶射ステンレスメッシュそしてガラス管にTiO₂を焼きつけたもので50rpmにおけるDNP分解試験を行った。その結果を図3に示す。

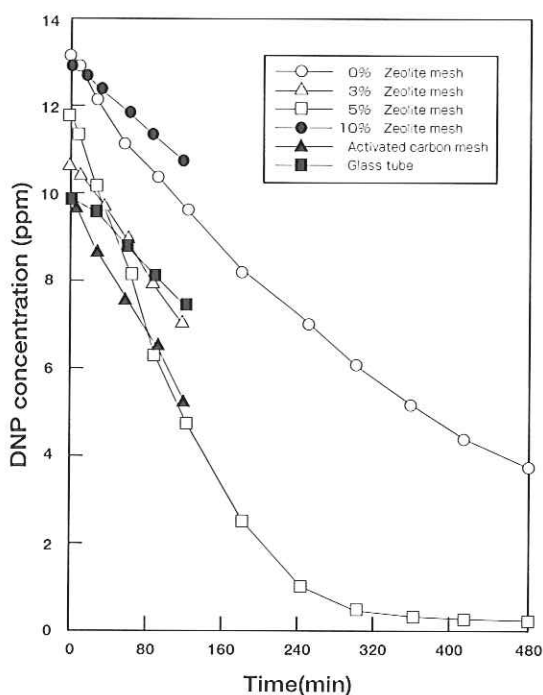


Fig. 3 Test results for the dissolution of DNP in the flow rate of 50 rpm

ゼオライト担持の割合別に結果をみるとゼオライトを5%から10%に増加させると分解速度がTiO₂単体よりも低下していることが分かる。また、3%に減少させてもTiO₂単体と同様の分解能しか示さなかった。これはTiO₂とゼオライトのバランスの問題でこのような結果になったと考えられる。10%では分解能を持つTiO₂の絶対数が減少してしまったために分解能の低下が起こったと考えられる。3%では、ゼオライトの減少で吸着効果が十分に発揮できなかったためと推察できる。以上からゼオライト担持の割合は5%が適当であると考えられる。そして5%活性炭担持は期待したほどの効果を見ることはできなかった。溶射による活性炭の消失が原因ではないかと考えられる。

最後に、120分の分解試験のデータより計算した反応速度と流速の関係を図4に示す。

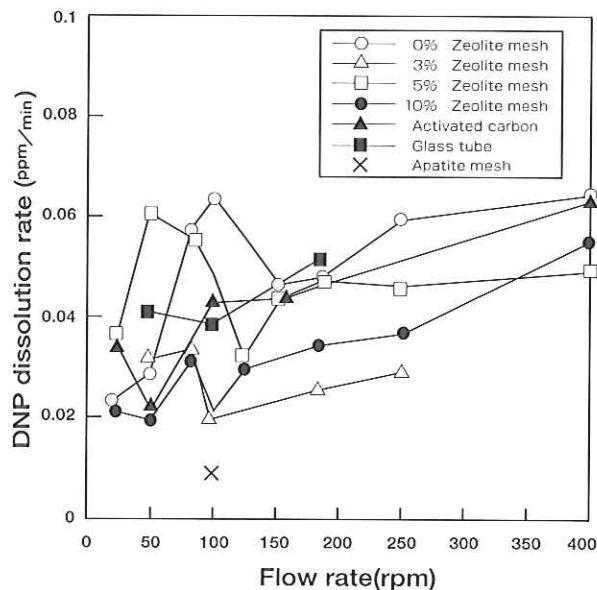


Fig. 4 Relation between the dissolution rate of DNP and the flow rate

ガラス管にTiO₂を焼きつけたものの結果をみれば分かるが、通常の分解試験では流速を上げるほど分解速度は上昇する。しかし、TiO₂溶射皮膜と5%ゼオライト担持TiO₂溶射皮膜の結果を見るとTiO₂皮膜は流速100rpmに、5%ゼオライト担持は50rpmに大きな分解速度のピークがあることが分かる。これは多孔質な溶射皮膜によって吸着能力が高くなっていることに起因していると考えられる。TiO₂単体と5%ゼオライトのピークのずれは吸着能力の変化によるものだと考えられる。

DNP分解試験からTiO₂溶射ステンレスメッシュは低い流速、つまり少ないエネルギーでその分解能を発揮できることが分かった。優れた分解能力も備わっているため、水処理分野への応用も可能であると考えられる。

3. ホルムアルデヒド分解試験

3-1 試験方法

試験装置の全体図を図5に示す。ホルムアルデヒド液を加熱板により気化し、ファンを回して1m³の空間に均一に1ppmで分散させた。そこに5%アパタイト担持TiO₂溶射ステンレスメッシュを並列管型光触媒反応器に図6のようにセットし、分解試験を行った。並列管内にはブラックライトがあり、光触媒効果を生み出せるようになっている。

3-2 試験結果

試験結果を図7に示す。

試験結果は、並列管9本全てに焼き付けによるTiO₂皮膜をつけた通常のものが1ppmのホルムアルデヒドを30分でほぼ全て分解した。並列管の中央一列のみに5%アパタイト担持TiO₂溶射ステンレスメッシュをセットし他6本を封鎖したものが1ppmのホルムアルデヒドを60分で0.55ppmまで分解した。中央一列にアパタイト担持のものをセッ

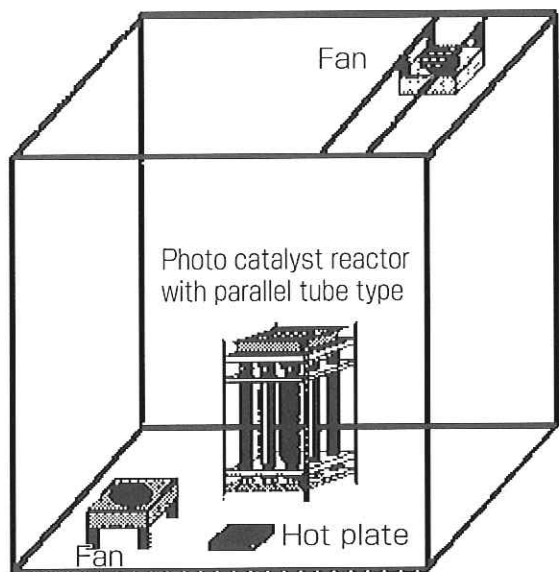


Fig. 5 Construction diagram of the pilot plant to dissolve formaldehyde

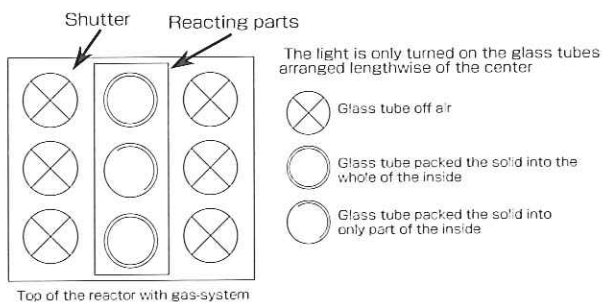


Fig. 6 Schematic diagram on the inside of the photocatalyst reactor with parallel tube type

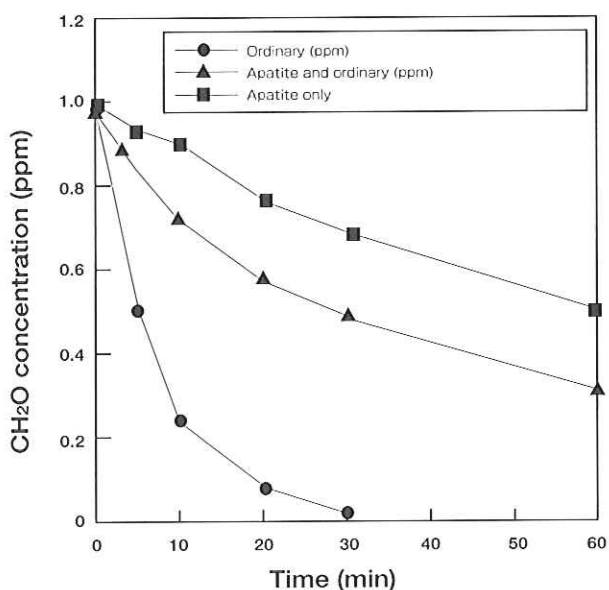


Fig. 7 Test results for the dissolution of formaldehyde

トし他の6本を通常ものにした場合は1ppmから60分で0.35ppmまで分解した。

結果として5%アパタイト担持TiO₂溶射ステンレスメッシュは通常の焼き付けTiO₂皮膜に劣るということになった。その原因として焼き付けTiO₂皮膜は透明であり紫外光を透過することができるため、並列管内にあるライトの紫外光が透過し他の8本の管に相乗効果を生み出したのではないかと考えられる。溶射皮膜メッシュは紫外光を管外に透過することができないため相乗効果を生み出すことができなかったと考えられる。

4. プール沸騰試験

4-1 実験概要

溶射により密着性、耐久性に優れた酸化チタン被覆伝熱面を試作し、その伝熱面によるプール沸騰実験、及び流下液膜式蒸発試験を実施し、伝熱性能がどの程度改善するかを調べた。

図8に実験装置の構造を示す。沸騰容器内の水温はヒータ⑤によって設定温度に保たれ、容器側面からの放熱を防ぐため、温風ヒータ⑧により容器外側を保温した。伝熱面は銅製、直径30mmの端面に溶射被膜をつけたものであり、テフロン板にOリングを介して取り付けられた。ヒータ⑦により加熱し、熱伝対③より得られた値により伝熱面温度と熱流束を計算した参考データを得るため、鏡面仕上げを施した伝熱面も用いた。

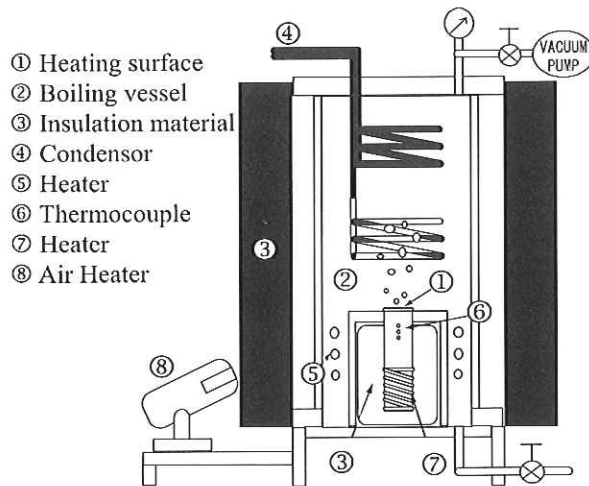


Fig. 8 Construction diagram of the experimental device to boil the pool

4-2 実験結果

図9に沸騰特性曲線を示す。縦軸に熱流束、横軸は過熱度で示した。鏡面仕上げ面は、四角の記号で示しているが核沸騰域から限界熱流束を経て膜沸騰域へ変わる。黒丸の記号で示したTiO₂粉末溶射面No.1は、鏡面仕上げ面の限界熱流速とほぼ同じくらいである。白丸の記号で示したTiO₂スラリー溶射面No.2は、鏡面仕上げ面に比べ約1.5倍ほど限界熱流束が高くなっている。しかし、いずれの場合でも高熱流束域では伝熱面過熱度は鏡面仕上げ面よ

り高くなっている。これは伝熱性能が低下することを意味している。この原因は、溶射被膜の厚さにあると考えられ、溶射皮膜の厚さが伝熱に大きく影響することが分かった。

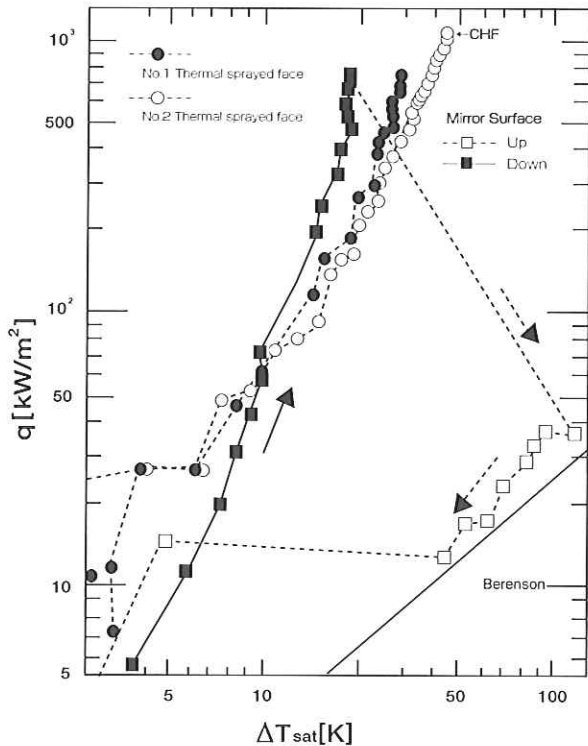


Fig. 9 Characteristic curve of the boiling

5. 流下液膜蒸発実験

5-1 実験概要

図10に実験装置の概略を示す。実験容器内をヒータ⑨により設定温度に調節する。ヘッダー⑧からの水はオーバーフロータンク①、予熱用ヒータ⑦で温度調整される。直径22mm、内径14mm、加熱部長さ160mmの伝熱管にはオイル恒温槽⑩により温度調節されたオイルが内蔵のポンプにより循環する。

高温流体との熱交換量を測定することで伝熱性能を評価するための流体加熱であったが、この方法ではオイルの比熱が小さいため十分な熱量が得られなかった。そのため、もうひとつの伝熱管の加熱方法として電気ヒータによる間接加熱も行った。これはオイル循環系を省き伝熱管内部にカートリッジヒータを挿入したものである。

5-2 実験結果

実験条件を2つに分類した。流体加熱の場合の実験条件は、実験1としてヘッダーからの水供給温度を30℃に設定した。伝熱管入り口温度を50℃、60℃、70℃に設定し、それぞれについて供給流量を0.5、0.4、0.3、0.2l/minと変化させた。縦軸に単位面積あたりの熱量、横軸にヘッダーからの水の質量流量を示した実験結果を図11～図13に示す。緑色の記号が溶射管のデータを示している。いずれの場合も溶射管がもっとも熱伝達が良好である。

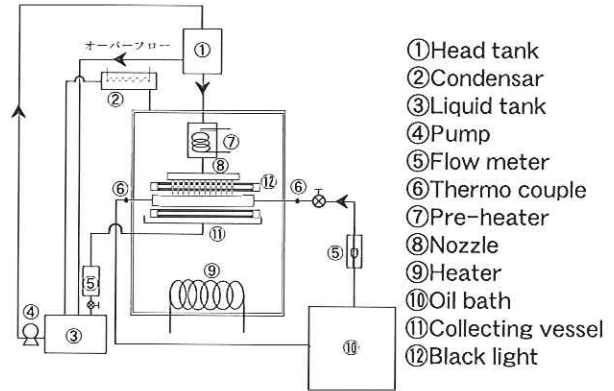


Fig.10 Construction diagram of the experimental device to vaporize the water film under the flow

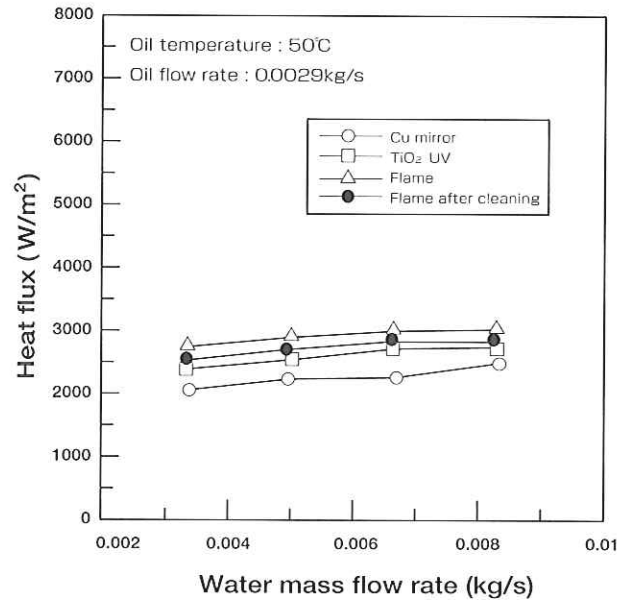


Fig.11 Test results of No. 1 experiment (Oil temperature:50°C)

実験2として伝熱面の加熱方法を電気ヒータによる間接加熱方式に変更し、供給ノズル⑧からの水供給温度を95℃に設定した。伝熱管熱流束を25kW/m²、30kW/m²、35kW/m²に設定した。

それぞれについて供給流量を0.5、0.4、0.3、0.2l/minと変化させた。縦軸に熱伝達係数、横軸にヘッダーからの水の質量流量で示した実験結果を図14～図16に示す。図14の伝熱管熱流束が25kW/m²の場合は、溶射管の熱伝達係数が最も大きくなっているが、図15、図16と熱流束が大きくなるに従い、その差は小さくなっている。図17に見られるように加熱流体、あるいは電気ヒータからの熱を、ヘッダーより供給した液体に伝える間には、R1～R3の熱抵抗が存在する。超親水化によりR1は鏡面仕上げ面に比べて格段に小さくなる。スパッタ管の膜厚は約200nm、溶射管の膜厚は約40μmであり、その皮膜厚さは、溶射管が200倍厚くなっており、R1は、無視できないと考えら

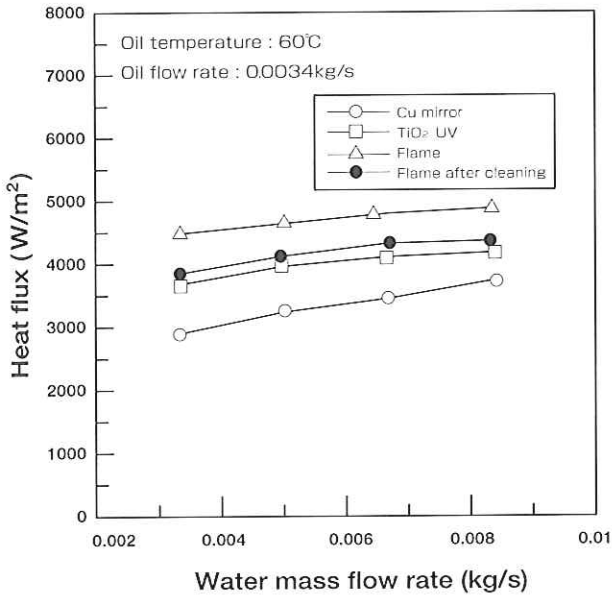


Fig.12 Test results of No. 1 experiment (Oil temperature:60°C)

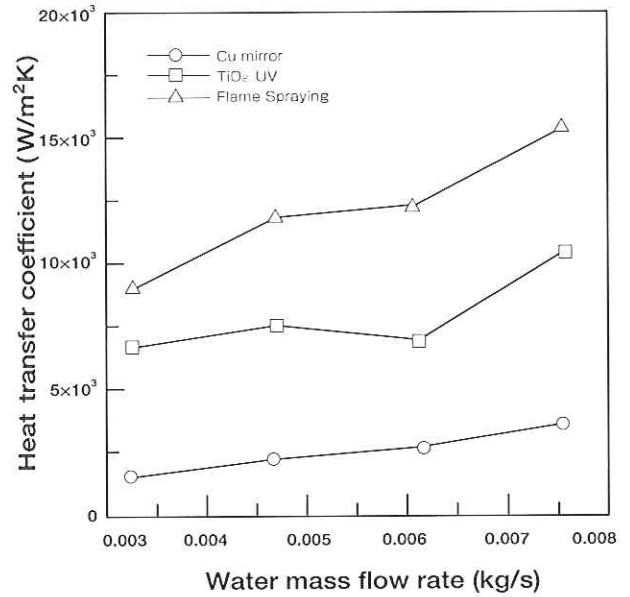


Fig.14 Test results of No. 2 experiment (Heat flux:25kW/m²)

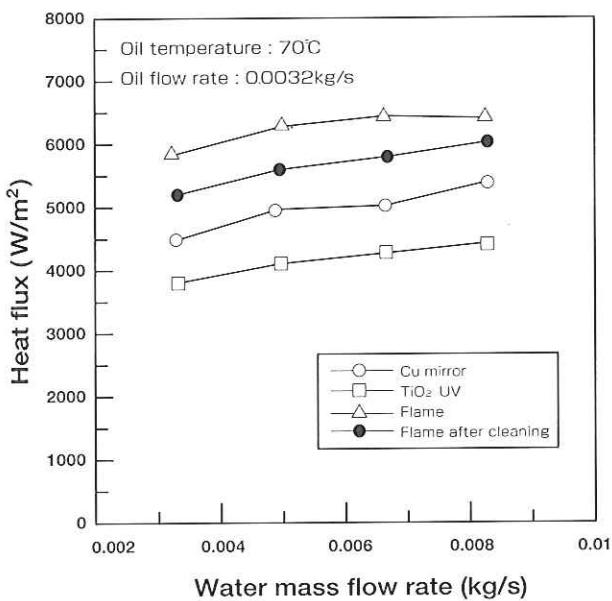


Fig.13 Test results of No. 1 experiment (Oil temperature:70°C)

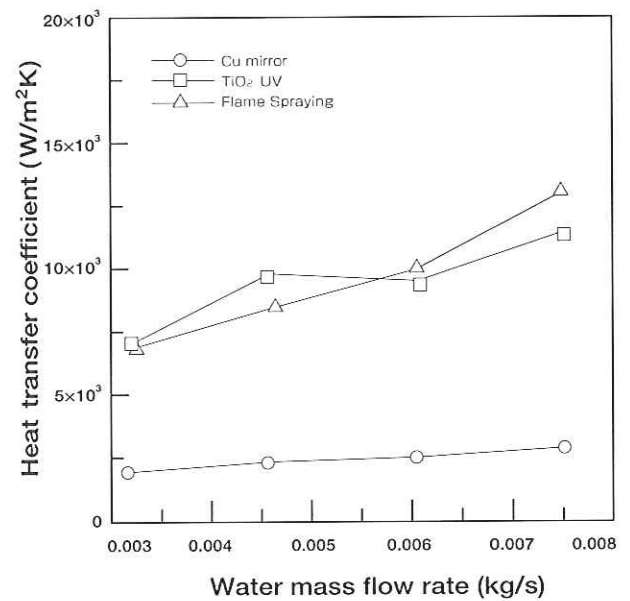


Fig.15 Test results of No. 2 experiment (Heat flux:30kW/m²)

れる。しかし、図14で見られるように溶射管の熱伝達係数が最も大きくなっていることから、その表面の構造が大きく影響していると考えられる。

6. 結言

本稿では光触媒TiO₂の有機物分解能の有害物質浄化への適用可能性の検討と、超親水性による伝熱性能の改善の試みを行った。本研究で得られた成果を要約すると、次の通りである。

(1) 水の浄化ではTiO₂溶射皮膜、及びそれに吸着材のゼオライトを担持したものは吸着能に優れており、低い流速において高い分解活性を持つ。それによって少ないエネルギーでその性能を発揮できる。

- (2) 空気の浄化では透過性をもつ既存のTiO₂皮膜が優れたホルムアルデヒド分解能を示した。空気の浄化では水の浄化のように密着性も必要としないため開発溶射皮膜は水浄化に適合性があると考えられる。
- (3) プール沸騰試験において溶射皮膜の厚みが伝熱性能を低下させていることが分かった。しかし、TiO₂スラリー溶射面は鏡面仕上げ面に比べ約1.5倍ほど限界熱流束が高くなった。
- (4) 流下液膜蒸発試験では低い熱流束においてはTiO₂溶射皮膜伝熱管が優れた熱伝達係数を示すことが分かった。皮膜の厚みを考えるとその表面の構造が大きく影響していると考えられる。

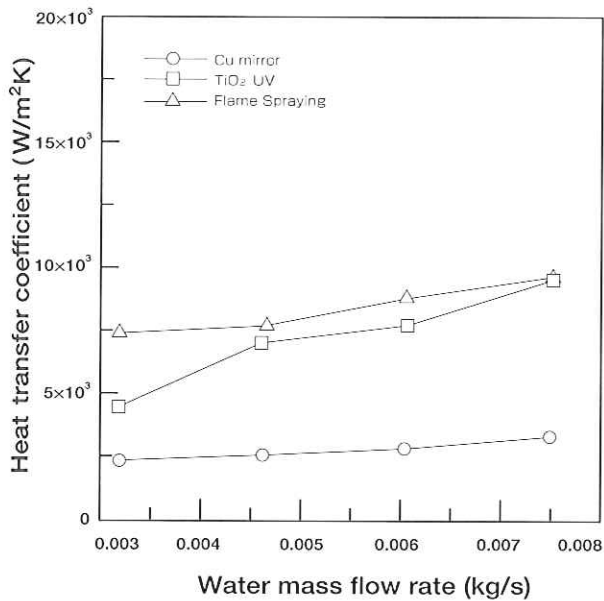
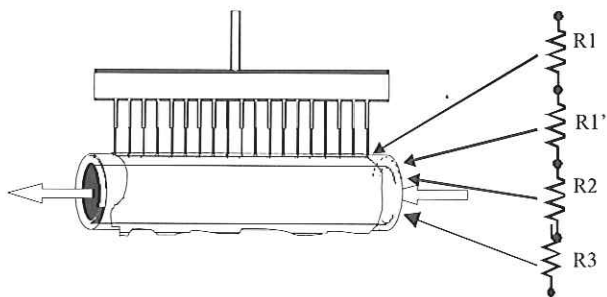


Fig.16 Test results of No.2 experiment (Heat flux: 3.5 kW/m²)



- R1 :Thermal resistance between 17 water film under flow and surface of conductive tube in the heat exchanger
- R1':Resistance by conduction of heat in thermal sprayed coating
- R2 :Resistance by heat conduction into the inside of the tube
- R3 :Thermal resistance between hot water or heater and inner face of the tube

Fig.17 Various resistance in the heat exchanger

7. 謝辞

本研究は九州大学バイオアーキテクチャーセンターおよび九州大学大学院工学研究院機械科学部門との連携によってなされたものです。ここで、御助力していただいた関係者の皆様へ改めて厚く御礼申し上げます。

参考文献

- 1) 大谷文章：「光触媒のしくみがわかる本」株式会社技術評論社 (2003)
- 2) 佐藤しんり：「図解雑学 光触媒」 ナツメ社 (2005)
- 3) 監修 橋本和仁 藤嶋昭：「図解 光触媒のすべて」 株式会社工業調査会 (2003)
- 4) 尾崎龍宏：フジコー技報12 (2004) P48
- 5) 尾崎龍宏 樋口友彦：フジコー技報 13 (2005) P43

新製品

新技術

熱延巻き取りロール CPC FKS-412

1 はじめに

熱延鋼板の圧延設備に用いられる熱延プロセス用ロールは、多くの場合、高温での腐食環境下にあります。特に鋼板の巻き取りロールでは、耐摩耗性、耐多角形摩耗性、耐肌荒れ性あるいは耐光輝バンド性などに、高い性能が要求されます。

そのため、種々の表面処理を施したロールが用いられており、現在でも、材質特性の向上が図られています。これらのニーズに応えるものとして、弊社では、CPCプロセスにより新材質の"CPC FKS-412"を開発しましたので、以下に紹介します。

2 CPC FKS-412の特長

上記の巻き取りロールにおける諸性能を向上させるためには、特に耐腐食性を改善することが重要です。そこで弊社では、特にCPC FKS-412の耐腐食性を重視して、検討を行いました

3 CPC FKS-412の耐腐食性

(1) 塩水噴霧試験

塩水噴霧試験法を用いて、開発したFKS-412および比較材として、従来のFKS-407に対して、塩水噴霧試験を行いましたので、その結果を表2に示します。

表1. 試験条件

試験片サイズ	50×30×5 (mm)
腐食液	塩水 PH6.5
暴露温度	35℃
噴霧量	1.5ml/80cm ² /hr

表2. 試験結果

試験試験材		腐食減量	
		gr	比率
開発材	FKS-412	-0.142	1/2.45
従来材	FKS-407	-0.348	1

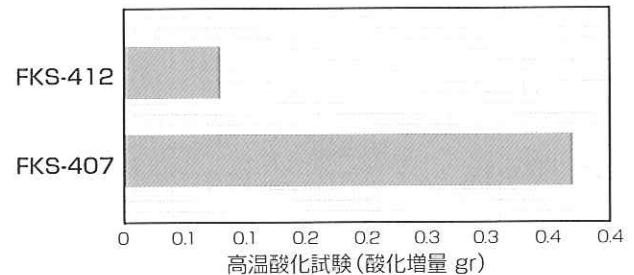


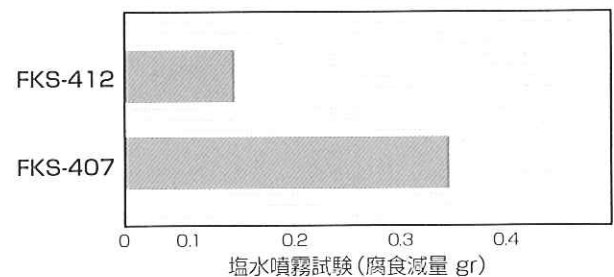
表2からFKS-412材は、FKS-407材に比して2倍以上の耐塩水噴霧性を有することが確認できます。

表3. 試験条件

試験機	熱処理炉
試験片サイズ	50×30×5 (mm)
試験条件	800℃, 1Hr
試験雰囲気	大気

表4. 試験結果

試験試験材		酸化増量	
		gr	比率
開発材	FKS-412	0.082	1/3.33
従来材	FKS-407	0.273	1



(2) 高温酸化試験

前項と同様に、開発材：FKS-412および比較材：FKS-407に対して高温酸化試験を実施しましたので、その結果を表4に示します。

表4からFKS-412材は、FKS-407材に比して3倍以上の耐高温酸化性を有することが確認できます。

(3) 熱間焼き付き試験

同様に、熱間焼き付き試験を実施しました結果を以下に示します。

FKS-412の耐熱間焼き付き性は、FKS-407のそれよりも、優れていることが確認できます。

表5. 試験条件

試験材質	試験片	FKS-407,412
	相手片	SUS430
試験温度	試験片	500℃
	相手片	850℃
試験加重		500 kgf
試験片速度		12.6 m/min
すべり率		10~60 %

表6. 試験条件

すべり率(10%)	FKS-412	FKS-407
10	○	○
20	○	○
30	○	○
40	○	△
50	△	△,x
60	△	x

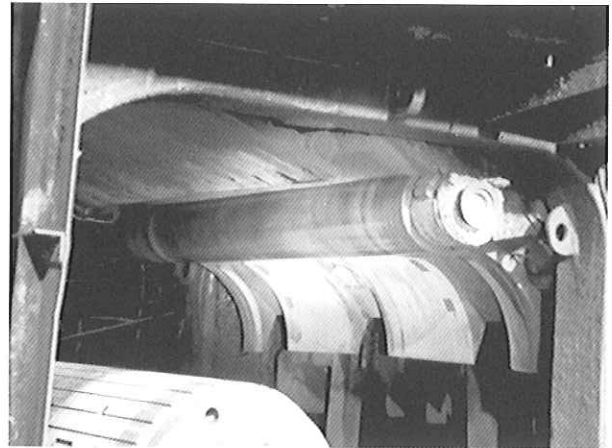


図1 FKS-412



図2 従来材

4 使用成績

弊社が創出しましたCPCプロセスを利用して、熱延用の巻き取りロール用材として開発しましたCPC FKS-412について、紹介しました。

このロール材は、弊社のCPCプロセスにおける利点を、最大限に活用したものであり、従来のロール寿命に対しまして、3倍以上の寿命延長が得られます。

問い合わせ先

本社 商品技術室

担当：宮崎裕之

尾崎健一

TEL 093 (871) 3724

FAX 093 (884) 0009

新製品

新技術

表面処理技術を生かした転炉排ガス回収設備への事例 (N0.2)

1. はじめに

製鉄所の転炉における排ガス回収設備あるいはフードなどの水管表面に、設備の耐用期間を延長するため、弊社の表面処理技術を生かして、Alloy625を自動肉盛溶接しましたので、その事例について紹介します。

2. 転炉フード使用環境

転炉の排ガス回収システムにおける設備の代表例を図-1に示します。フードやスカートなどは、下記のように、過酷な環境下に曝されます。

- 1) 高温ガスによる1500°C以上の雰囲気になる。
→部材に高温酸化が生じやすい。
- 2) 部材の熱サイクルが激しい。
→膨張と収縮が、繰り返される。
- 3) 部材が腐食環境下に曝される。
→フッ素や塩素ガスの雰囲気中で、ガス腐食が起こりやすい。

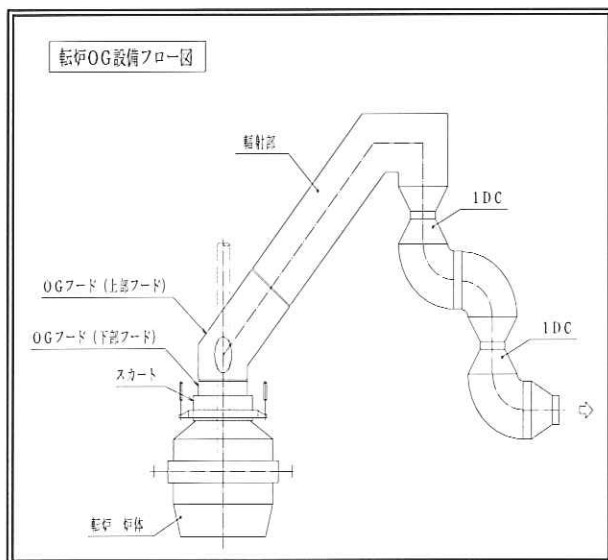


図-1 転炉のOG設備におけるフロー図

3. 肉盛溶接方法

1) 自動肉盛溶接装置

実際に用いた自動肉盛溶接装置を写真-1に示します。パルスMIG溶接のため、高能率の溶接施工が可能です。

2) 肉盛溶接材料

- ① 溶接ワイヤ : Alloy 625, $\Phi 1.2$
- ② 化学成分 : Ni-Cr-Mo-Nb
- ③ 肉盛厚さ : 1.5mm以上 / 1パス

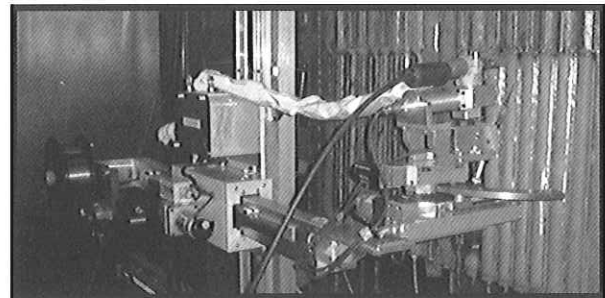


写真-1 自動肉盛装置

3) 断面マクロ組織

肉盛溶接部の断面マクロ組織を、写真-2に示します。肉盛溶接部には、希釈率が低く、均一な溶け込みが得られます。

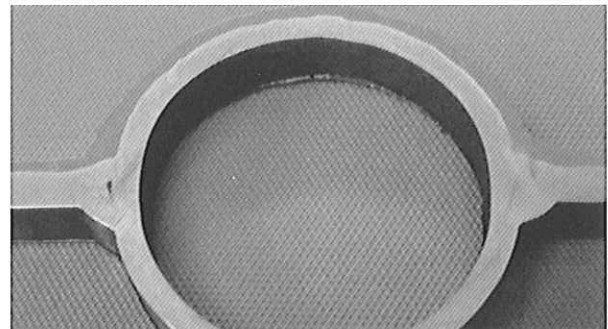


写真-2 断面マクロ組織

4. Alloy625による肉盛溶接の特徴

- 1) 肉盛溶接部は、優れた耐熱性、耐食性、耐酸化性、及び機械的性質を示します。
- 2) Alloy625は、熱膨張係数がステンレス鋼に比べて低いいため、熱サイクルの激しい場所に使用しても、問題が生じません。
- 3) 水管の減肉部を肉盛溶接することにより、水管の肉厚減少に対する復元が可能です。
- 4) 設備の稼働後に減肉が生じた場合でも、現地で補修溶接が出来ます。(溶射の場合には、前の皮膜を、完全に除去しなければなりません。)

5. 肉盛溶接の施工工事

A製鉄所の転炉フードにおける現地肉盛溶接の施工状況を、写真-3～4に、B製鉄所の転炉スカートにおける現地肉盛状況を写真-5～6に示します。



写真-3 A製鉄所の現地肉盛状況

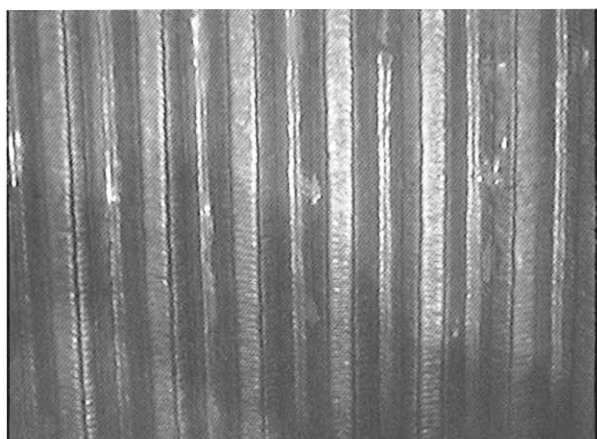


写真-4 A製鉄所の現地肉盛後におけるビードの外観

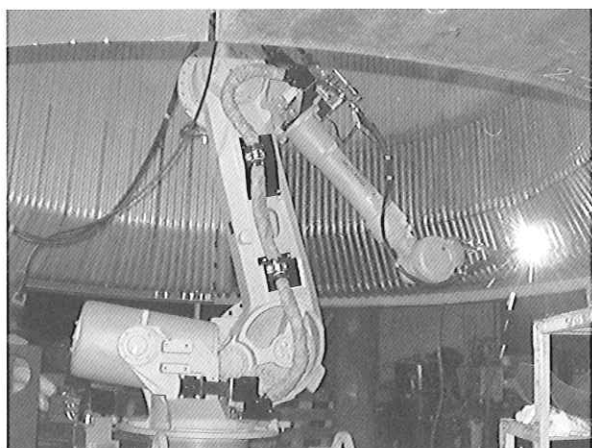


写真-5 B製鉄所の現地肉盛状況



写真-6 B製鉄所の現地肉盛後におけるビードの外観

6. 使用実績

A製鉄所の転炉フードにおける使用開始から10ヶ月後のビード外観を、写真-7に示します。肉盛溶接部の表面には、ビードの波形も残っており、施工時と同様、減肉あるいはヒートクラックなどの発生は、全く見られませんでした。

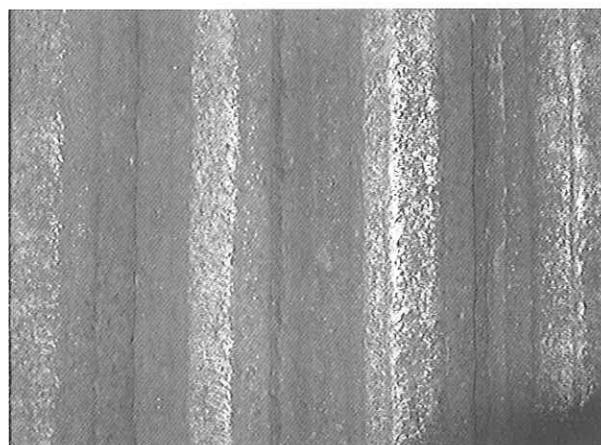


写真-7 A製鉄所の10ヶ月後におけるビードの外観

7. まとめ

転炉フードの表面処理に、Alloy625の肉盛溶接を適用しました結果、肉盛表面の諸特性は、非常に良好でありました。

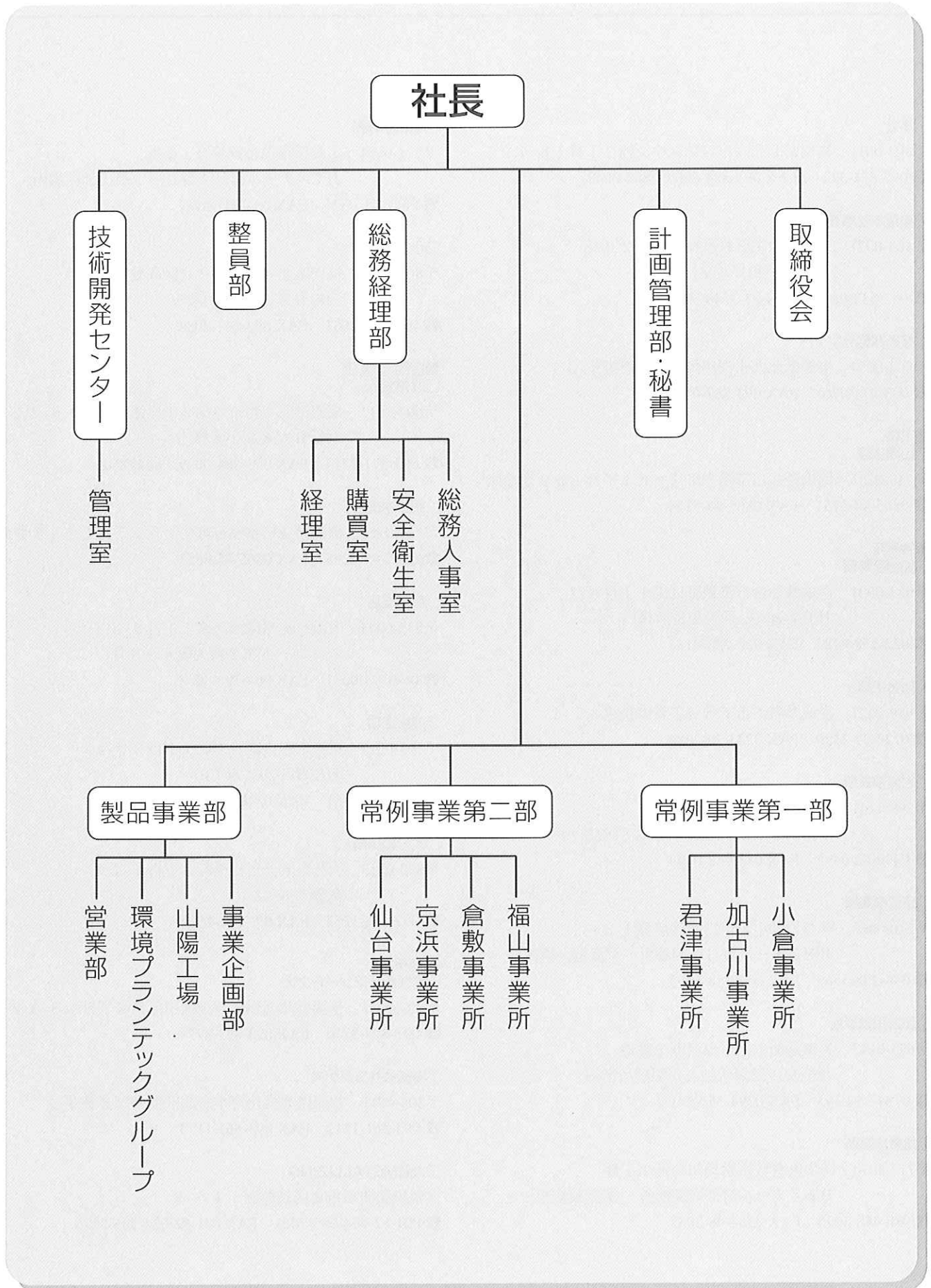
今後、Alloy625による現地肉盛溶接は、構造物の補修または延命対策に有効であり、需要が大きく期待されます。

問い合わせ先

環境プランテック 担当：篠原政広
TEL 0223 (24) 2450
FAX 0223 (29) 2084

FUJICO 運営組織図

平成18年10月1日現在



株式会社フジコー 事業所・工場所在地

平成18年10月1日現在

□本社

〒804-0011 福岡県北九州市戸畑区中原西2丁目18-12
☎ 093-871-3724 FAX 093-884-0009/884-0048

□東京本社事務所

〒103-0027 東京都中央区日本橋1丁目20-8
日本橋平和ビル7F
☎ 03-3548-0881 FAX 03-3548-0882

□技術開発センター

〒804-0054 福岡県北九州市戸畑区牧山新町4-31
☎ 093-871-0761 FAX 093-882-0522

■工場

□山陽工場

〒719-0253 岡山県浅口郡鴨方町鳩ヶ丘1丁目1298番地
☎ 0865-44-5151 FAX 0865-44-5154

■事業所

□仙台事業所

〒983-0001 宮城県仙台市宮城野区港1丁目6-1
JFE条鋼(株)仙台製造所構内
☎ 022-258-4182 FAX 022-258-4183

□仙台工場

〒989-2421 宮城県岩沼市下野郷字新南長沼87-1
☎ 0223-24-2450 FAX 0223-29-2084

□君津事業所

〒299-1141 千葉県君津市君津1番地
新日本製鐵(株)君津製鐵所構内協力会社転炉サブセンター
☎ 0439-52-0497 FAX 0439-52-0498

□京浜事業所

〒210-0868 神奈川県川崎市川崎区扇島1-1
JFEスチール東日本製鐵所 京浜地区構内
☎ 044-288-5565 FAX 044-288-5563

□加古川事業所

〒675-0137 兵庫県加古川市金沢町1番地
(株)神戸製鋼所加古川製鐵所構内
☎ 0794-35-0393 FAX 0794-35-9641

□倉敷事業所

〒712-8074 岡山県倉敷市水島川崎通1丁目
JFEスチール西日本製鐵所 倉敷地区構内
☎ 086-448-3035 FAX 086-448-3037

□福山事業所

〒721-0931 広島県福山市鋼管町1番地
JFEスチール西日本製鐵所 福山地区構内
☎ 084-941-0924 FAX 084-941-0937

□小倉事業所

〒803-0803 福岡県北九州市小倉北区許斐町1番地
(株)住友金属小倉構内
☎ 093-561-2081 FAX 093-561-2083

■営業部・支店

□九州支店

〒804-0011 福岡県北九州市戸畑区中原西2丁目18-12
(株)住友金属小倉構内
☎ 093-871-3724 FAX 093-884-0009/884-0048

□西日本支店

〒719-0253 岡山県浅口郡鴨方町鳩ヶ丘1丁目1298番地
☎ 0865-45-9255 FAX 0865-45-9657

□関西支店

〒532-0004 大阪市淀川区西宮原1丁目8-38
ハイマート第2新大阪403号
☎ 06-6393-0031 FAX 06-6393-0068

□関東支店

〒103-0027 東京都中央区日本橋1丁目20-8
日本橋平和ビル7F
☎ 03-3548-0881 FAX 03-3548-0882

□大分出張所

〒870-0913 大分県大分市松原町3丁目1-11
鉄鋼ビル5F
☎ 097-558-1257 FAX 097-556-0794

■関連会社

□株式会社アソートフジ

〒804-0011 福岡県北九州市戸畑区中原西2丁目18-12
☎ 093-873-8770 FAX 093-873-8771

□株式会社フジケア

〒804-0011 福岡県北九州市小倉北区高峰町3番3号
☎ 093-561-1112 FAX 093-561-1175

□大新METALLIZING

大韓民国浦項市南区長興洞140-5
☎ 001-82-054-285-7021 FAX 001-82-054-285-5275

フジコー技報—tsukuru No.14 平成18年11月1日

発行人 永吉英昭
発行人 株式会社フジコー
技術開発センター
〒804-0054 北九州市戸畑区牧山新町4番31号
☎093-871-0761 FAX093-882-0522



シンボルマークは、富士山の形とフジコーのFをデザイン化したものです。小ブロックが右上がりのHOP、STEP、JUMPと飛躍、拡大していく状態を表現しております。