

## 表面変質層を利用したステンレス製品の長寿命化技術開発（第3報）

材料環境部

永石尚昭 帆秋圭司 田栗有樹

株式会社香田製作所

香田和則

本研究では、切削時に加工部に生じる表面変質層を利用し、ステンレス鋼を高強度化する加工技術(DEM法)の確立を目指している。形状変化部に対するDEM法適用の可能性を評価するために、形状変化部(U溝部、球面部、テーパ部、角部)を有する機械部品を模擬した試験片をDEM法で作製し、それらに対して硬さ試験と組織観察を行った。その結果、形状変化部に対しても単純形状と同様の硬い表面変質層を生成することが可能であることを明らかにした。さらに、DEM法がステンレス鋼の耐孔食性に及ぼす影響を電気化学測定法により評価した結果、耐孔食性の劣化は確認されなかった。すなわち、DEM法はステンレス鋼の耐孔食性を損なうことなく加工部の耐久性の向上を実現する技術であることを示した。

### 1. はじめに

ステンレス鋼は建造物や機械部品、家庭用品にいたる様々な場面で多用されている。昨今注目を集めている半導体関連産業や水素エネルギー関連機器の主要な材料としても利用されていることから、現代の工業製品に必要な鉄鋼材料と言える。

我々はこれまでに、機械加工時に生じる表面変質層を利用することでステンレス鋼を高強度化し、耐久性を向上させ長寿命化するための加工技術として、Durability Enhancement Machining(以下、DEM法と称する)を提案し、その技術を適用することでもたらされる効果について検討を行ってきた。その結果、1. オーステナイト系ステンレス鋼(以下、 $\gamma$ 系SUSと称する)の疲労強度を向上することができ、特に応力集中が起きる形状変化部への効果が顕著である<sup>1)</sup>。2. 高硬度化と同時に圧縮残留応力が付与されることで、耐応力腐食割れ性が向上する<sup>2)</sup>。3.  $\gamma$ 系SUSの耐摩耗性を向上する効果がある<sup>3)</sup>。以上の3点を明らかにした。つまり、回転や往復運動などによって繰返し荷重がかかる機械部品やその摺動部および引張応力が作用した状態で腐食環境にさらされる部材に対して本技術を適用することで、疲労破壊や摩耗による機能喪失、応力腐食割れの発生リスクを低減し、製品の長寿命化を低コストで実現できる可能性がある。

一方、これまでの実験対象は比較的単純形状かつ一部の領域(丸棒外径部および端面)に限られており、実際の機械部品に見られるような段付き部、溝部、テーパ部などの形状変化部に対して同様の表面変

質層が得られるかは明確でなかった。また、 $\gamma$ 系SUSの最大の特徴である「耐食性」への影響についても未検討のままであり、DEM法の実用化に向けて優先的に取り組むべき課題であると言える。

本報では、形状変化部に対し高品質な表面変質層を付与する加工方法の確立に向け、機械部品に多く見られる形状変化部(U溝部、球面部、テーパ部、角部)へのDEM法の適用を試みた。さらに、DEM法による加工面に対して電気化学測定を行い、 $\gamma$ 系SUSの孔食電位に及ぼす影響を実験的に評価した。

### 2. 実験方法

#### 2.1 形状変化部に対するDEM法の適用可能性検討

##### 2.1.1 供試材

供試材は固溶化熱処理を施したオーステナイト系ステンレス鋼SUS316L丸棒 $\phi$ 20mmを用いた。化学成分(mass%)は0.024C-0.53Si-1.32Mn-0.036P-0.017S-12.05Ni-17.25Cr-0.16Coであり、代表的な機械的性質は耐力 $\sigma_{0.2}=270\text{MPa}$ 、引張強さ $\sigma_B=574\text{MPa}$ 、ビッカース硬さ179HV0.01、平均結晶粒径は $24\mu\text{m}$ である。

##### 2.1.2 試験片形状

試験片はU溝部、球面部、テーパ部、角部を有する機械部品を模擬した形状とし、それぞれの形状および寸法を図1に示す。なお、左端部の $\phi 20\text{mm}$ 、厚さ5mmの”つば”は、硬さ試験や組織観察のための断面試料調製作業を容易にする目的のものであるため、DEM法は適用していない。

加工には(株)ツガミ製ターニングセンタTMA-8を用いた。基本的に全て同じ条件(切込み量、切削速

度, 送り速度等)で加工を行ったが, 切削速度を一定に保つには, 加工面外径に合わせて主軸回転数を変更する必要がある. 理論上, 球面凸部試験片では凸先端(直径0mm)で主軸回転数は $\infty$ になるが, 加工機の主軸回転数の設定上限(約4000rpm)で加工を行った.

### 2.1.3 金属組織観察および硬さ試験

図1に示した試験片の断面に対して硬さ試験および組織観察を行うために, DEM法による試験片中心軸を通る面を回転砥石で湿式切断後, 導電性を有する熱硬化性樹脂に埋包し, エメリー紙, ダイヤモンドスラリ, コロイダルシリカ懸濁液を用いて鏡面に研磨した.

金属組織観察には走査電子顕微鏡(株式会社日立ハイテク製SU5000)を用いた. 加速電圧は15kVとし, 結晶粒径の変化および塑性変形領域を可視化するために電子線後方散乱回折法(EBSD)による結晶方位解析を行った. 検出器はAMETEK製Digiview5, 解析ソフトウェアはOIM-Analysis 8を用いた. 観察時の加速電圧は15kVとし, ビームステップサイズは0.1 $\mu$ mとした. CI(Confidence Index: 算出された結晶方位の確からしさを示す値)<sup>4)</sup>が0.1以下の点はデータから除外した. 塑性変形領域の表現には, GROD(Grain reference orientation deviation)<sup>4)</sup>マップを用いた. GRODは塑性ひずみと相関があると言われている. 本研究では, 1結晶粒内の平均方位から測定点毎のGRODを求め, コンター図として表現した. また, 加工の影響を受けていない領域でGRODを測定し, GRODの平均値 $\mu$ と標準偏差 $\sigma^2$ を求めた. すなわち, GRODが $\mu+2\sigma^2$ 以上の領域を塑性変形領域とみなした.

硬さ試験にはマイクロビッカース硬さ試験機(株式会社フューチャテック製FM-ARS9000)を用いた. 負荷試験力は5gf, 保持時間は10秒とした. 加工面から深さ10 $\mu$ mの位置を開始点とし, 材料内部に向かって複数列の硬さを測定し, 深さ方向硬さ分布を取得した. また, 加工面から深さ10 $\mu$ mの位置において, 外形に沿った線上の硬さを測定し, 硬さ分布を取得した.

## 2.2 電気化学測定によるDEM法適用面の耐食性評価(孔食電位測定)

### 2.2.1 供試材

供試材は固溶化熱処理を施したSUS304の $\phi$ 20mm丸棒を用いた. 化学成分(mass%)は0.050C-0.34Si-1.09Mn-0.035P-0.022S-8.25Ni-18.07Crである. 代表的な機械的性質は耐力 $\sigma_{0.2} = 326$ MPa, 引張強さ $\sigma_B = 638$ MPa, ビッカース硬さ203HV0.01, 平均結晶粒径

は25 $\mu$ mである.

### 2.2.2 試験片

図2に試験片形状および寸法を示す. 評価面の仕上げ状態が異なる3種の試験片(a)TP-1(DEM法適用試験片, 研磨なし), (b)TP-2(DEM法適用試験片, 研磨あり), (c)TP-3(通常加工試験片)を調製した. 図3にそれぞれの調製手順を示す. TP-1は, 丸棒端面をDEM法で調製し, 切り落として試験片としたものである. TP-2はDEM法で加工したものだが, 旋削加工の際に残る周方向加工痕を除去する目的でわずかに研磨仕上げしたものである. これまでの研究で, この程度の研磨ではDEM法によって生じた表面変質層はなくなることが分かっている. なお, DEM法で調製された平面部の硬さ分布や金属組織の状態は, 先行研究<sup>3)</sup>ですでに報告しているため, ここでは説明を割愛する.

TP-3は比較対象として一般的な加工法で調製されたものであり, TP-3とTP-1およびTP-2の孔食電位を比較することで, DEM法がステンレス鋼の耐食性の指標である孔食電位に及ぼす影響を明らかにできると考えた.

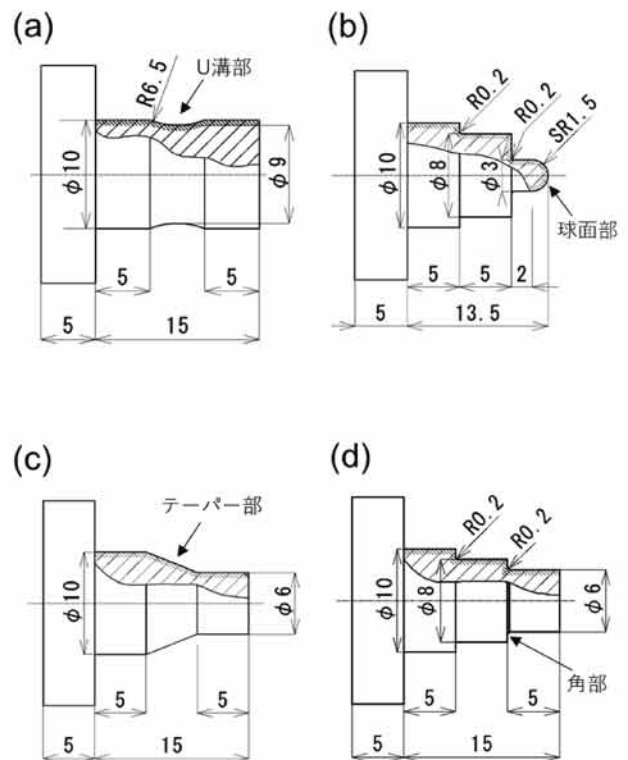


図1 試験片形状および寸法  
(a)U溝部, (b)球面部, (c)テーパ部, (d)角部

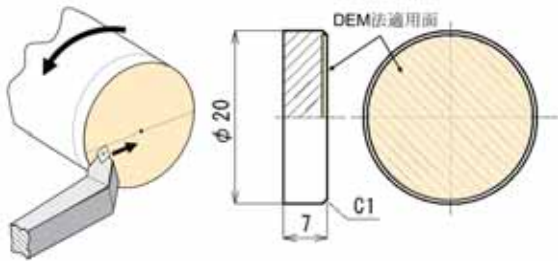


図2 電気化学測定用試験片の形状および寸法

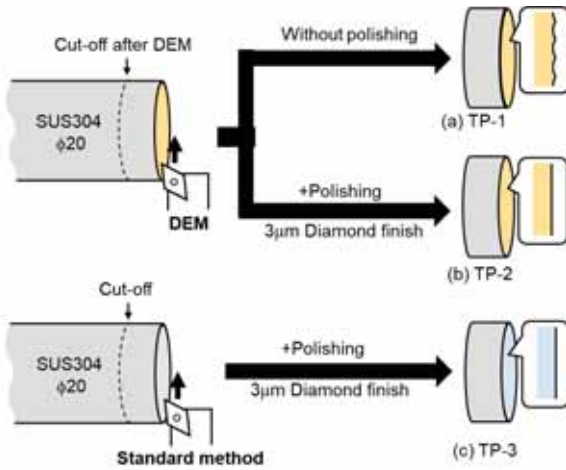


図3 電気化学測定用試験片の調製手順

### 2.2.3 孔食電位測定法

孔食電位測定は、日本産業規格「ステンレス鋼の孔食電位測定方法 JIS G0577 (2014)<sup>9)</sup>」に規定されている試験 A 方法を参考にして実施した。

測定は、電気化学測定システム HZ-7000 (明電北斗株式会社製) と専用ガラス電解槽 HX-102 (明電北斗株式会社製) を用いて行った。対極は白金電極、照合電極は銀-塩化銀電極をそれぞれ用い、照合電極と電解槽は、寒天を封入したルギン管を通じて塩橋を行った (図4)。

試験片は、50℃の30wt%硝酸水溶液に1時間浸漬し、不動態化処理を行った。その後、測定用試料ホルダーに固定し、1cm<sup>2</sup>の測定面を残してそれ以外の面については耐水テープで被覆を行った。測定前に600番研磨紙で測定面を注意深く乾式研磨することで測定試料とした。

測定はそれぞれ複数回行った。測定用試料ホルダーに固定した測定試料を電解槽に移し、高純度アルゴンガス脱気後の24℃、1mol/dm<sup>3</sup> NaCl水溶液に10分静置した後に行った。電位走引速度は20mV/minで、アノード電流密度が自然電位から10<sup>3</sup>μA/cm<sup>2</sup>に

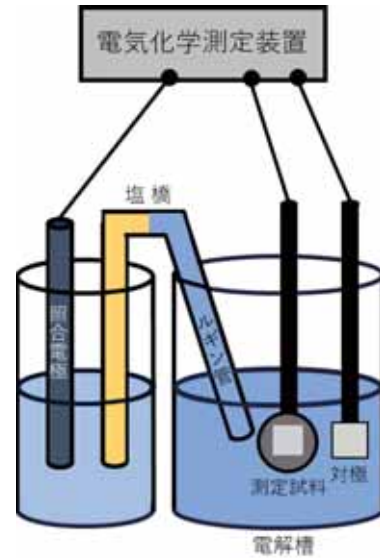


図4 孔食電位測定のシステム図

達するまで電位を走査させた。電流密度10μA/cm<sup>2</sup>に対応する電位をV'<sub>c10</sub>、電流密度10<sup>2</sup>μA/cm<sup>2</sup>に対応する電位をV'<sub>c100</sub>とし、それぞれ最も高い値を孔食電位とした。V'<sub>c10</sub>、V'<sub>c100</sub>の値は大きいほど耐孔食性に優れると判断する。

## 3. 結果および考察

### 3.1 形状変化部に対するDEM法の適用可能性検討

図5にDEM法で加工した形状変化部の加工面近傍における硬さ分布を示す。外形に沿って加工面から10μm内部の位置の硬さを複数点で測定し、これらのデータを硬さ分布として整理した。縦軸はビッカース硬さ、横軸は基準測定点からの距離である。

球面部を除く全ての形状変化部において加工面は300HV以上の硬さを持つことを確認した。これはもとの材料硬さ(179HV)に対して約1.7倍にあたる。

(a)U溝部、(c)テーパ部、(d)角部は硬さのばらつきが少なく、形状変化部全体に硬い領域が安定して生じていることが分かった。一方、(b)球面部では、硬さに大きなばらつきが見られ、平滑部から曲面部、さらに先端部に近づくにつれ硬さが低下し、先端手前で最も低い値となった。その後、先端部で再び硬さが上昇するという特徴的な分布であった。

図6に深さ方向の硬さ分布を示す。(a)U溝部、(c)テーパ部については、測定開始位置が異なる3本の測定ライン(Line1,2,3)に沿って硬さを測定した。測定ラインは主軸と直交する向きに統一し、得られたデータを深さ方向の硬さ分布として整理した。3つの測定ライン上の分布はおおむね一致しており、深

さ方向にも硬い領域が安定して生じていることを確認した。(b)球面部、(d)角部については、外形線と直角に交わる測定ライン上を、表面から材料内部に向かって測定し、硬さ分布とした。先述の(a)U溝部、(c)テーパ部に比べ、球面部および角部は硬さの分布のばらつきが大きい傾向がみられるとともに、250HV以上の領域が狭い(加工面に近い)ことが確認された。特に(d)角部においては、300HV以上なのは加工面から10 $\mu$ mの深さまでであり、DEM法による硬さの上昇が限定的であることが認められた。

図7にEBSDで取得したGRODマップを示す。ここで、コンターバンドの値はGROD値である。GROD値 $\mu+2\sigma^2=0.8$ 以上を塑性変形領域とし、赤い部分が特に塑性変形量が多い領域となる。(a)U溝部および(c)テーパ部は、加工面に沿ってほぼ均一な深さ(幅)の塑性変形領域が生じていた。特に硬さの値が高く、ばらつきも少なかった(a)U溝部は、表面から約80 $\mu$ mまで赤い領域がみられた。一方、(b)球面部では塑性変形領域の深さ(幅)にばらつきが大きかった。また、(d)角部は赤い領域が表面から20 $\mu$ m程度であり、他の形状に比べ塑性変形領域が局所的であることが示された。

旋削で丸棒の外径を同じ寸法に加工する場合、最初に指定の量を切り込んだ後、主軸に対して工具が平行に動くため被削材とチップの接触状態がほぼ変化せず、加工面にDEM法の効果が均一に得られると考えられる。一方、形状変化部を加工する場合、工具は送り方向だけでなく軸直角方向にも移動しながら切削を行う必要があり、被削材とチップの接触状態が逐次的に変化し、それに伴って切削抵抗も変わるため、DEM法の効果が変化することが予想される。

今回の試験片のうち、比較的形状が単純な(a)U溝部や(c)テーパ部の加工では、工具の軸直角方向への移動は限定的であるため、単純形状の場合と同様にDEM法の効果が均一に得られたと考えられる。

一方、(b)球面部の加工では、外径から球面、さらに球面先端部への移行に伴い、工具の軸直角方向への移動量が大きくなることから、被削材とチップの接触状態が変化し、切削抵抗の変動が大きくなるため、DEM法の効果が均一に得られないことが考えられる。

また、(d)角部において硬さの上昇が限定的であった原因は、曲率半径とチップノーズRが同じであったため、送りが取れずノーズ形状が転写されただけで、広範囲かつ大きな塑性変形(GROD値>3.2)が生じ

るほどの荷重が被削部にかからなかったことが考えられる。つまり、曲率半径がチップノーズRの寸法に近い場合、DEM法の適用が困難であり、効果が薄いことが明らかになった。

以上、形状変化部に対するDEM法の適用について検討した結果、様々な製品形状に対応できる可能性は示されたが、加工部に対し均一な効果を得るという点で課題が残った。特に球面や深いU字溝部などは軸直角方向への移動量変化が大きくなる傾向にあるため、解決には加工条件や工具の動きを工夫する必要があると考えられる。

DEM法は硬い表面変質層を積極的に生じさせ、被削部の耐久性向上に利用する技術である。表面変質層の状態と切削抵抗の値には密接な関係があることが指摘されており<sup>6)</sup>、製品形状に合わせて加工条件や工具の動きを決定し、一定の切削抵抗値となるよう逐次補正することができれば、DEM法の効果が最大限生かされた製品を製造可能になると期待される。今後実施する研究の中で優先的に解決すべき課題として取り組む予定である。

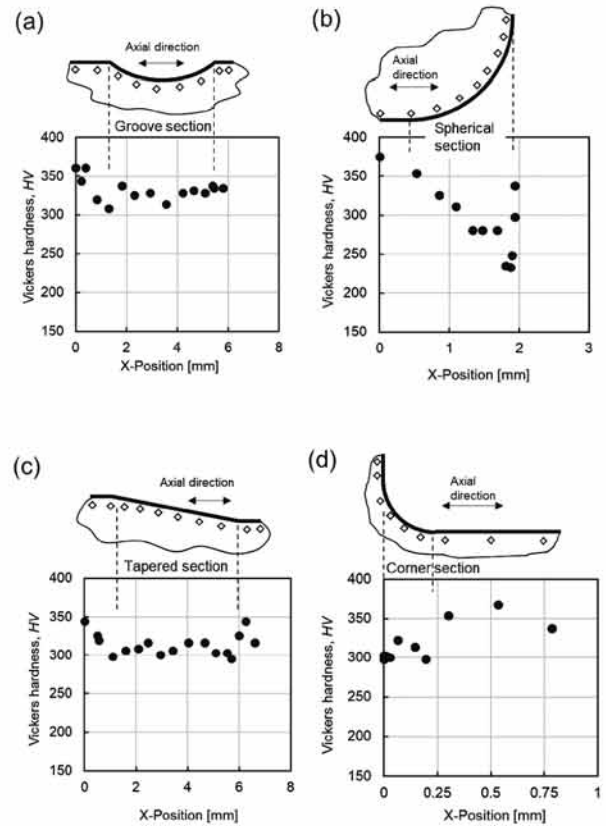


図5 形状変化部の硬さ分布  
(a)U溝部、(b)球面部、(c)テーパ部、(d)角部

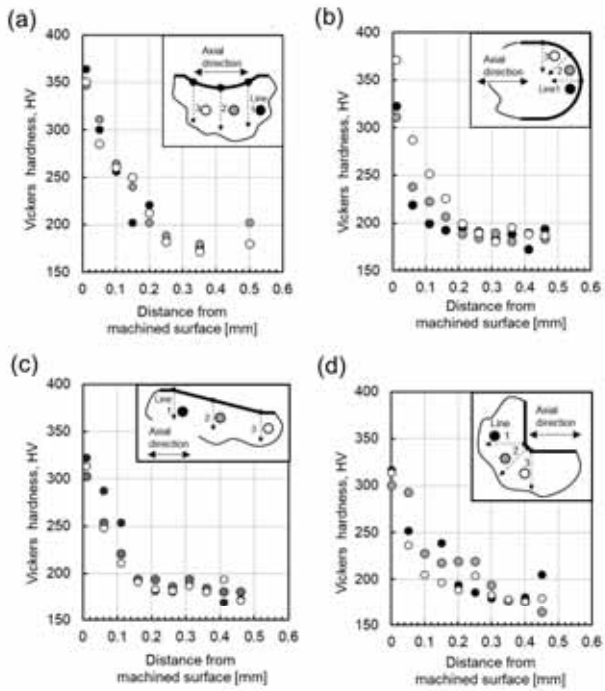


図6 形状変化部の硬さ分布(深さ方向)  
 (a)U溝部, (b)球面部, (c)テーパ部, (d)角部

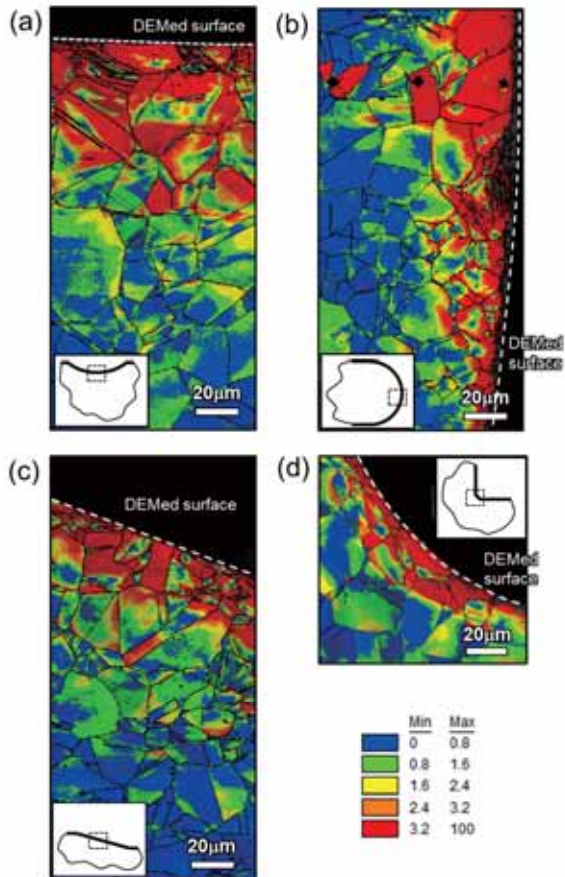


図7 GRODマップ  
 (a)U溝部, (b)球面部, (c)テーパ部, (d)角部

### 3.2 DEM法がステンレス鋼の孔食電位に及ぼす影響評価

図8に3種類の試験片に対する孔食電位測定のアノード分極曲線を示す. 自然電位から掃引開始後の安定域(約-0.15V~+0.02V), および孔食の連続発生と不動態膜の再生が繰り返される活性域(約 0.02V~)において, 3種の試験片の挙動に差は見られなかった.

次に, 図8より算出した  $V'_{c10}$  および  $V'_{c100}$  を図9に示す. DEM法適用試験片 (TP-1,TP-2) および通常加工試験片 TP-3 共に,  $V'_{c10}=360\text{mV}$ ,  $V'_{c100}=380\text{mV}$  となり, DEM法を適応した試験片は通常加工試験片と同等の耐孔食性を維持していることから, DEM法による耐孔食性の劣化はないと考えられる.

一般的に, ステンレス鋼は表面に極めて薄い不動態皮膜を形成することで高い耐食性を保持することが知られている. 孔食は, NaClに代表される塩化物イオンを含む水溶液中で不動態被膜が局部的に破壊された箇所に発生する局部腐食の一種である. つまり, 不動態被膜の形成能が高いほど耐孔食性は高いとされる. 不動態被膜の形成能の優劣は, 材料の化学組成のほか, 結晶粒径や介在物の影響も大きい<sup>7)</sup>とされている.

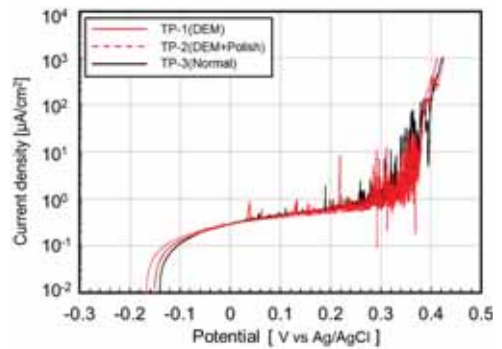


図8 アノード分極曲線

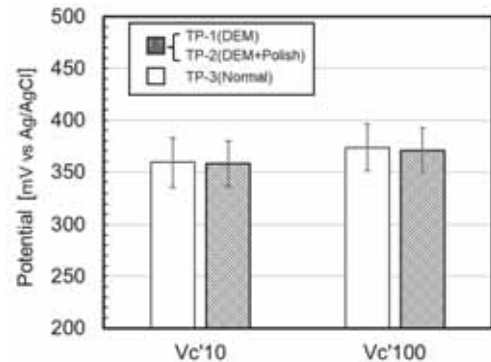


図9 孔食電位( $V'_{c10}$ ,  $V'_{c100}$ )の比較

DEM法を適用した場合、微細な結晶粒を持つ表面変質層が形成されるため、通常加工試験片とは異なる孔食挙動を示すと予想していたが、ほぼ同じ挙動を示した。今後、この結果についてDEM法適用部の金属組織や残留応力の状況を踏まえた考察を進めていきたい。

#### 4. おわりに

形状変化部に対し高品質な表面変質層を付与する加工方法の確立に向け、機械部品に多く見られる形状変化部（U溝部、球面部、テーパ部、角部）へのDEM法の適用を試みた。その結果、様々な製品形状に対応できる可能性は示されたが、加工部に対し均一な効果を得るという点では課題が残った。

さらに、DEM法が適用された平面部に対して電気化学測定を行い、耐孔食性へ及ぼす影響を実験的に評価した。その結果、通常加工品と同じアノード分極挙動を示し、孔食電位に有意な差はみられなかったことから、DEM法適用によって $\gamma$ 系SUSの耐孔食性の劣化はないことが明らかとなった。つまり、DEM法はステンレス鋼の耐食性を損なうことなく加工部の耐久性の向上を実現する技術である可能性が示唆された。

本研究グループは2020年4月からDEM法の研究を開始し、加工現場での実施に必要なノウハウを蓄積してきた。また、DEM法適用によってステンレス

鋼製品にもたらされるメリットを実験結果とともに明らかにし、研究開始当初に策定したロードマップに基づき計画を着実に進めてきた。今後は、DEM法の実用化を加速させるとともに、そのメリットを最大限に活かす技術開発に取り組む予定である。

最後に、本研究で使用したマイクロビッカース硬さ試験機、自動研磨機、走査電子顕微鏡は電源立地地域対策交付金により導入した機器である。

#### 参考文献

- 1) N. Nagaishi, K. Hoaki, Y. Taguri, T. Hirai, 佐賀県工業技術センター 研究報告書 (2022) 11-16.
- 2) N. Nagaishi, K. Hoaki, T. Hirai, K. Koda, 佐賀県工業技術センター 研究報告書 (2023) 25-29.
- 3) N. Nagaishi, K. Hoaki, K. Koda, 佐賀県工業技術センター 研究報告書 (2024) 7-11.
- 4) S. Suzuki, EBSD読本 改訂第4版, 2021.
- 5) 日本産業規格調査会, ステンレス鋼の孔食電位測定法 JIS G0577(2014), 2014.
- 6) R. Hikiji, E. Kondo, N. Kawagoshi, M. Arai, TRANSACTIONS OF THE JAPAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS Series C 68 (2002) 2169-2174.
- 7) ステンレス協会, ステンレス鋼便覧, 3rd ed., 日刊工業新聞社, 1995.