

# 表面変質層を利用したステンレス製品の高強度化に関する研究（第2報）

材料環境部

永石尚昭 帆秋圭司

田栗有樹 平井智紀

本研究では、旋盤などの切削時に加工部に生じる表面変質層を利用し、特殊な表面処理を施すことなくステンレス鋼製の工業製品を高強度化する技術の確立を目指している。本報では、表面変質層がオーステナイト系ステンレス鋼の疲労強度に及ぼす影響を明らかにするために、前報で決定した加工条件を用いて表面変質層を有する試験片を複数調製し、軸荷重疲労試験を実施した。その結果、本研究で見出した条件に従って加工を行い、意図的に生じさせた表面変質層には、平滑部のみならず応力集中部の疲労強度を大幅に向上させる効果があることを明らかにした。

## 1. はじめに

工業分野においてオーステナイト系ステンレス鋼（以下、 $\gamma$ 系 SUS）は、高い耐食性を有することから機械部品の材料として幅広く利用されている。一方、 $\gamma$ 系 SUS は一般的な鉄鋼材料のように焼入れ硬化性を持たないため、熱処理による機械的強度の向上は期待できない。強度が要求される場合、ショットピーニングなどの特殊な表面処理を施すか、もともと高硬度な冷間加工材を用いるといった対策が取られており、製造コストの面で不利となっている。

そのため、機械加工部に生じた表面変質層は「硬い」という特性に注目し、「機械加工時に積極的に表面変質層を生じさせ、加工品の強度を向上させる加工技術」が提案されている<sup>1)2)3)</sup>。これらの技術は従来から用いられている上述の対策に比べ、寸法精度や加工性の面で有利であり、工数の削減も期待される。一方、意図的に生じさせた表面変質層がもたらす強度向上の効果や、ステンレス鋼の最大の魅力である耐食性におよぼす影響を評価した研究例は見当たらず、実用化へは大きな隔りがある。

そこで著者らは、上記技術の実用化に向けた第一歩として、切削加工によって生じた表面変質層がステンレス鋼の「強度」および「耐食性」におよぼす影響を実験的に評価し、高強度化技術としての有効性を検証することを目的として本研究に取り組んでいる。

前報<sup>4)</sup>では、種々の加工条件で旋削した SUS304 丸棒の表面変質層の硬さと金属組織の変化を実験的に調査し、さらに品質工学的観点から解析を行った結果、加工条件を選択することで任意の硬さの表面変質層が得られることを明らかにした。また、X線回

折の結果から、硬さの上昇の要因は加工部表面近傍の局所的な塑性変形、すなわち転位密度の増加による加工硬化であることを明らかにした。

本報では、前報を参考にして決定した加工条件により、表面変質レベルが異なる試験片、すなわち表面変質層の硬さが高いものと低いものを作り分け、それに対して疲労試験を実施し、表面変質層が $\gamma$ 系 SUS の疲労強度特性におよぼす影響を評価した。

## 2. 実験および解析方法

### 2.1. 供試材

供試材は固溶化熱処理(1050℃×30分後、急冷)を施したオーステナイト系ステンレス鋼 JIS-SUS304 の冷間引抜丸棒 $\phi$ 20mmを用いた。化学成分(mass%)は 0.06C-0.26Si-1.31Mn-0.04P-0.03S-18.3Cr-8.2Ni であり、代表的な機械的性質は $\sigma_{0.2} = 279\text{MPa}$ 、 $\sigma_B = 624\text{MPa}$ 、195HV0.01 である。

### 2.2. 疲労試験

#### 2.2.1. 疲労試験片形状

軸荷重疲労試験に用いた試験片の形状および寸法を図1に示す。本研究では、(a)平滑試験片だけではなく(b)環状切欠き試験片の2種類の形状の試験片を用いた。その理由は、実際の機械部品には必ず溝や段付き部などの応力集中部がある<sup>5)</sup>ため、本技術を実製品に適用するにあたり表面変質層が平滑部だけでなく応力集中部の疲労強度に対しても有効に働くか否かを見極めておくことは重要であると考えたためである。

図1(a)平滑試験片は、中央部に直径 $\phi$ 7mm、長さ20mmの試験部を有しており、この領域に任意の表面変質層が生じるように加工を行った。

一方、図1(b)環状切欠き試験片は中央部にV字の環状切欠きを有しており、この領域に任意の表面変質層が生じるように加工を行った。また、旋削加工に用いるチップの大きさおよび送りの自由度を加味して、V字部の開き角は $\pm 70\text{deg}$ と大きく設定した。応力集中係数は弾性有限要素法で計算した結果、3.2であった。

2.2.2. 試験片加工条件

図1に示した試験片の試験部(平滑試験片では直径 $\phi 7\text{mm}$ 、長さ $20\text{mm}$ の領域、環状切欠き試験片ではV字切欠き部を指す)の加工条件を表1に示す。表面変質レベルが異なるものをそれぞれ10本ずつ調製し、疲労試験片とした。表中の記号(○,△,●,▲)は3.以降で示す各種実験結果のプロット記号と対応している。

表面変質レベルが高い試験片については、表1に示した条件で加工したままでは粗さが大きく、疲労試験の結果に影響を及ぼすことが懸念されるため、わずかに二次加工を施して粗さを調整した。また、表面変質層が疲労強度特性に及ぼす影響を明らかにするためには、表面変質層が無い試験片についてもデータを取得する必要がある。平滑試験片については研磨で表面変質層を除去した試験片を別途調製した。環状切欠き試験片については、表面変質層を研磨で除去することが困難であったため、疲労試験の比較データは先行研究<sup>9)</sup>における類似の試験結果を参照することとした。

2.2.3. 疲労試験条件

疲労試験には油圧サーボ式軸荷重引張圧縮疲労試験機((株)島津製作所製サーボパルサーEHF-EV051K1-020-0A型)を用いた。応力比 $R = -1$ 、周波数 $f = 1\text{Hz}$ 、負荷波形はサイン波とした。試験環境は室温大気中である。すべての試験において負荷繰返し数 $2 \times 10^6$ 回まで試験を実施し、試験片が破断しないときの公称応力振幅(荷重振幅を試験片の最小断面積で除した値)の値を疲労限度 $\sigma_w$ として評価した。

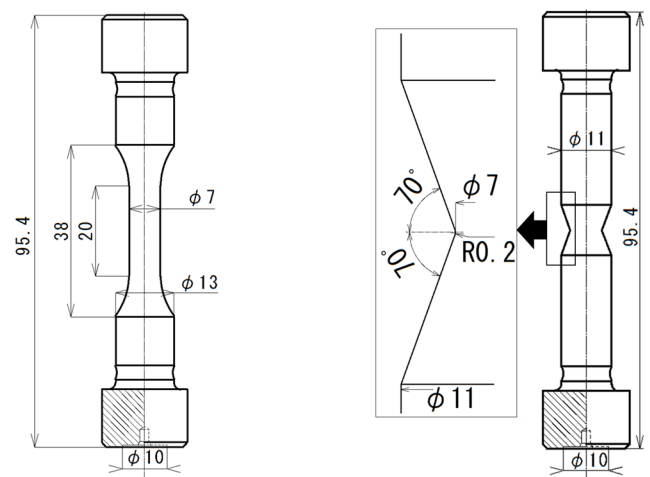
2.3. 硬さ試験, 表面変質層の微視組織の観察

前報<sup>4)</sup>では、平滑丸棒試験片に生じた表面変質層の硬さ試験を実施し、その結果から「最も硬くなる加工条件」および「硬さの変化が最小の加工条件」を決定したが、その加工条件を応力集中部に対して適用しても同質の表面変質層が得られるかは未検討のままであった。そこで本報では、同じ条件で加工された(a)平滑試験片と(b)環状切欠き試験片に対して硬さ試験および加工部近傍の微視組織の観察を行

い、表面変質層の状態を比較した。

硬さ試験および組織観察に用いる試験片の調製手順を図2に示す。試験片中心軸を通る面に沿って切断し、導電性を有する熱硬化性樹脂に埋包後、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研磨した。

硬さ試験にはマイクロビッカース硬さ試験機((株)フューチュアテック製FM-ARS9000)を用いた。負荷試験力は $5\text{gf}$ 、保持時間は10秒とした。旋削加工面から深さ $10\mu\text{m}$ の位置を開始点とし、試験片中心軸に向かって複数位置の硬さを測定し、硬さ分布を取得した。表面変質層の微視組織の観察には、高解像度走査型電子顕微鏡(日本電子(株)製JSM-7500F)を用いた。金属組織の観察は、鏡面研磨した観察面を適当な腐食液に浸し、組織を現出させて光学顕微鏡で撮影するのが一般的な方法であるが、本研究で着目している表面変質層の大きさ(深さ)を考慮し電子顕微鏡の反射電子像により観察を行った。



(a)平滑試験片 (b)環状切欠き試験片

図1 疲労試験片の形状および寸法

表1 試験片加工条件

表面変質レベル	試験片形状	記号	主軸回転数 rpm	送り mm/rev.	切込量 $\mu\text{m}$	心高 $\mu\text{m}$	油量
低	平滑丸棒	○	3000	20	125	0	中
	環状切欠き	△					
高	平滑丸棒	●	1000	180	500	50	少
	環状切欠き	▲					

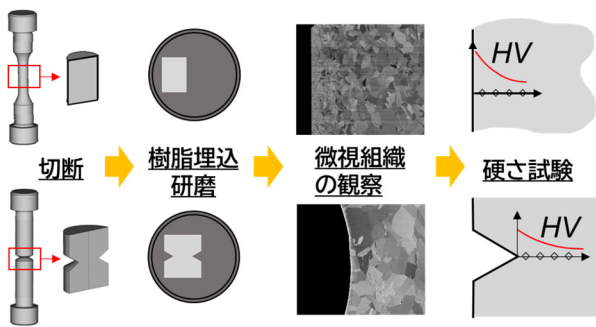


図2 試料調製の手順

## 2.4. 弾塑性有限要素解析

本研究で用いた環状切欠き試験片のように、応力集中部を有する試験片を用いて疲労試験を行う場合、繰返し負荷下における応力集中部の応力-ひずみ状態を定量的に把握し、疲労試験の結果の考察に用いることが重要である。応力集中部の応力-ひずみ状態を推定する方法は種々提案<sup>78)9)</sup>されているが、本研究では著者が過去に取り組んだ研究課題(H28～R1水素環境下における金属材料の疲労強度特性と破壊メカニズムに関する研究)で行った実績のあるSUS304環状切欠き丸棒の弾塑性有限要素解析<sup>10)11)</sup>を参考に、図1(b)環状切欠き試験片の疲労試験中の解析を実施し、切欠き部の応力-ひずみ状態を推定した。

解析には非線形構造解析システムANSYS 2019 R3を用いた。図3に解析モデルおよび境界条件を示す。環状切欠き試験片の対称性を考慮して1/4軸対称モデルとし、四角形8節点ソリッド要素を用いた。要素数は1415個、節点数は4554個である。切欠き部近傍の要素サイズは、近似式<sup>12)</sup>で得られる応力集中係数との差が1%以下になるように設定した。材料モデル(Chabocheモデル<sup>13)</sup>)および材料パラメータの詳細についてはH29研究報告書<sup>10)</sup>を参照されたい。

しかし、解析の中で表面変質層を表現することは、表面変質層の弾塑性変形挙動を理解したうえで適切な材料モデルを選定し解析に組み込む必要があるため容易ではない。そこで本報では、表面変質層を持たない環状切欠き試験片に対して、表面変質レベル：高の疲労限度に相当する繰返し荷重が負荷された場合における試験片内部の応力-ひずみ状態を推定し、その結果と表面変質レベル：高の硬さ分布を比較することで、表面変質層が疲労強度特性におよぼす影響を考察するための材料とする。

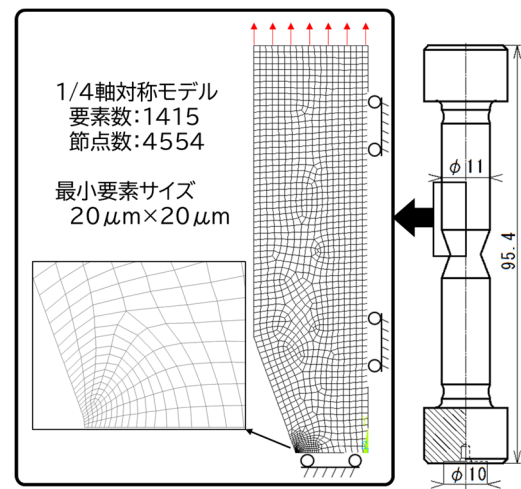


図3 解析モデルと境界条件

## 3. 結果及び考察

### 3.1. 硬さ試験および表面変質層の微視組織の観察結果

図4に硬さ試験の結果を示す。横軸に加工面からの距離、縦軸にピッカース硬さをとって整理した。全ての試験片において、加工面近傍において硬さの上昇がみられ、内部に進むにしたがって材料の初期硬さに漸近した。特に表面変質レベル：高の試験片(●,▲)については、初期硬さに対して約+150HVの上昇がみられた。それに比べ表面変質レベル：低の試験片(○,△)については約+50HVと少ないものの、硬さの上昇がみられた。ここで特筆すべきは、「最高硬さおよび硬さ分布は試験片形状に依存しない」という点である。先述のとおり、表1に示した条件は平滑丸棒を用いた実験で決定したものであるが、切欠き部にそのまま適用しても、同質の表面変質層が得られることを本実験結果は示している。

図5に電子顕微鏡による表面変質層の微視組織の観察結果を示す。全ての試験片において、加工面直下の金属組織は大きく変形し、微細結晶粒化している様子がうかがえる。また、表面変質レベル：高(●,▲)の試験片がより結晶の変形具合が大きく、深い位置まで影響が及んでいることが確認できる。この傾向は試験片形状に依存せず、上述の硬さ試験の結果と傾向が一致している。以上、微視組織に関しては定性的な表現での記述にとどめるが、EBSD法<sup>14)15)</sup>により結晶のひずみ量を定量・可視化することで表面変質レベルの議論がより深化すると期待される。

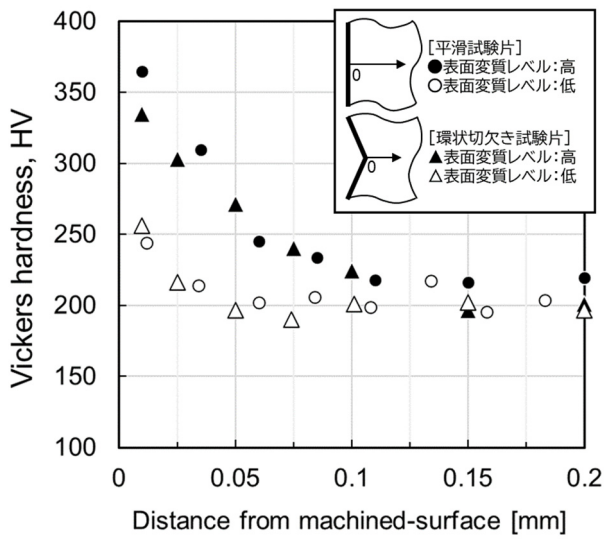


図4 表面変質層を有する試験片の硬さ分布

### 3.2. 疲労試験結果

図6に疲労試験の結果を示す。横軸に破断までの繰り返し数 $N_f$ 、縦軸に応力振幅 $\sigma_a$ をとり、S-N線図の形式で整理した。なお、「→」が付されたプロットは、規定繰り返し数(本実験では $2 \times 10^6$ サイクル)まで破断しなかったものを示している。

平滑試験片の疲労限度は、表面変質層を除去した試験片(●)に比べ、表面変質レベル：高(●)は7%、低(○)は4%高い値を示した。有限寿命域においては、 $1 \times 10^5$ サイクル以上の領域で表面変質レベル：高(●)のみ長寿命側となった。一方、 $10^5$ サイクル以下において有意差はみられなかった。

環状切欠き試験片の疲労限度は、表面変質層を除去した試験片(▲)に比べ、表面変質レベル：高(▲)では22%、低(△)では6%高い値を示した。有限寿命域においては、 $2 \times 10^5$ サイクル以上の領域で表面変質レベル：高(▲)のみ長寿命側を示したが、低(△)において有意差はみられなかった。

以上の結果から、意図的に表面変質層を生じさせた試験片は表面変質層がない試験片に比べ疲労限度が向上していることが明らかとなった。また、表面変質レベルが高い、すなわち表面硬さが高いほうがより高い向上効果をもたらすことがわかった。これは本研究が提案している高強度化技術の有効性を示す重要な結果である。さらに興味深いのは、平滑部よりも応力集中部でより顕著に効果が現れたことである。この理由については次節にて弾塑性有限要素解析の結果とともに考察する。

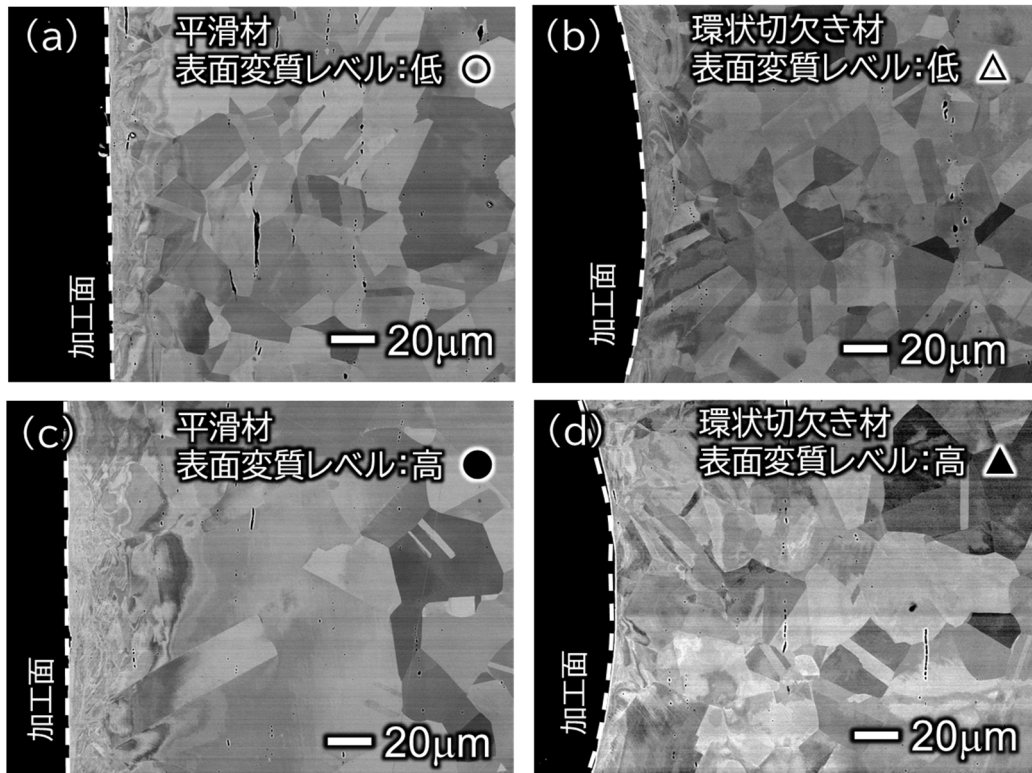


図5 表面変質層微視組織の観察結果

(a)平滑材, レベル:低, (b)環状切欠き材, レベル:低, (c)平滑材, レベル:高, (d)環状切欠き材, レベル:高

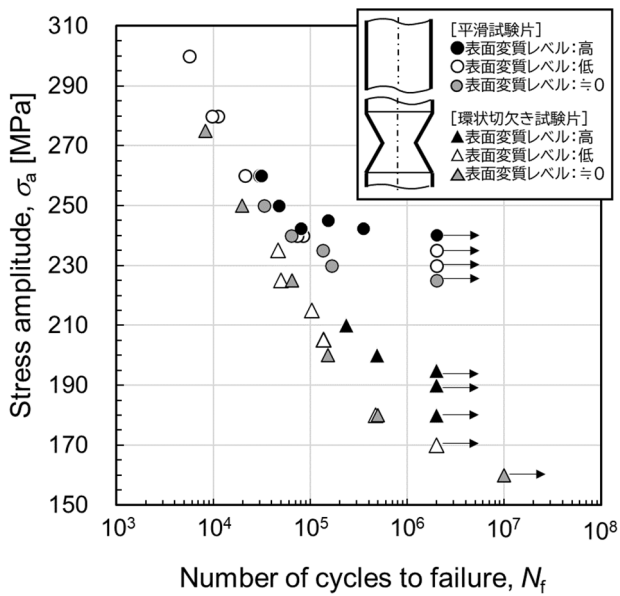


図6 S-N線図

### 3.3. 弾塑性有限要素解析結果

図7に表面変質層を持たない環状切欠き試験片に対して表面変質レベル：高の疲労限度に相当する繰返し荷重が負荷された場合における切欠き底近傍の塑性ひずみ振幅分布 $\epsilon_{pa}$ (実線)と、硬さ分布を比較した結果を示す。なお、硬さ分布は図4に示した▲と同じである。

表面変質層を持たない場合、上述の条件では、切欠き底～約0.2mmの領域において、 $\epsilon_{pa}$ は正の値であり、繰返し塑性変形が生じることになる。その最大値は0.25%であり、内部に進むにつれて急激に減少し、0.2mm以降においては $\epsilon_{pa}$ が0となり、この領域では弾性変形のみ生じることを意味している。

ここで、図7に示した表面変質層がある場合の硬さ分布と、上述の塑性ひずみ振幅分布を比較すると、硬い表面変質層が存在する領域と、繰返し塑性変形が特に大きい領域が概ね一致していることがわかる。つまり、硬い表面変質層の存在が繰返し塑性変形を抑制し、さらに疲労き裂の発生を阻害した結果、疲労限度が大幅に向上したものと考えられる。

次に、平滑試験片よりも環状切欠き試験片のほうが疲労限度の向上効果が顕著に現れた理由について考察する。一般に、浸炭やショットピーニング等のような表面硬化処理による疲労強度の改善効果は、平滑材よりも切欠き材において顕著に得られることが報告されている。切欠き材で改善効果が高いのは応力勾配(ひずみ勾配)の影響によるもの<sup>10)</sup>と考えら

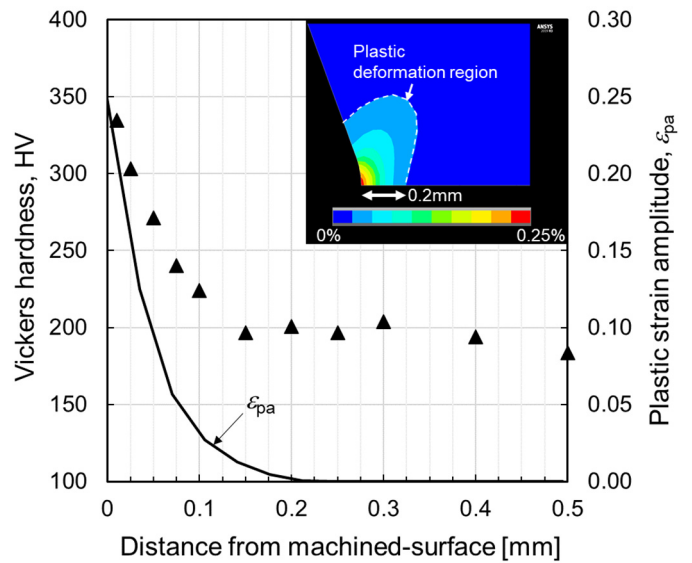


図7 有限要素解析結果(塑性ひずみ振幅 $\epsilon_{pa}$ 分布)と硬さ分布の比較

れ、最も高い応力にさらされる切欠き底を硬化し、塑性変形を抑制すれば、疲労き裂の発生を防ぐことができる。従って、応力集中係数が高くなるほど表面変質層が薄くても高い改善効果が得られると予想される。

一方、今回のように平滑材に対して軸荷重形式の疲労試験を実施した場合、試験部断面全体が同じ応力状態にさらされる。表面変質層の領域は硬化しているため繰返し荷重による変形(ひずみ)が抑制されるものの、表面変質層による硬化がおよんでいない試験片内部の領域では繰返し塑性変形が生じ、疲労き裂が発生・進展し、破壊に至ることが予想されることから、切欠き材に比べ効果があまり得られなかったものと推察される。なお、軸荷重方式ではなく回転曲げ方式の疲労試験で評価した場合、平滑材においても応力勾配が生じるため、改善効果が顕著に現れると予想される。

## 4. おわりに

### 4.1. 表面変質層がもたらす疲労強度の向上効果

本研究で提案している技術は、未加工部に比べ硬い表面変質層を利用し、疲労き裂の発生を抑制し、疲労強度を向上させるものである。この技術の有効性を確かめるために疲労試験を実施した結果、表面変質層を有する平滑試験片、環状切欠き試験片の疲労強度は表面変質層が無いものに比べ大幅に上昇したことから、実用化へ前進したと言える。

本技術の特徴を最大限発揮できる機械部品は回転軸である。例えばポンプ等の回転軸は、内部を流れる流体の脈動などにより、回転トルクのみならず曲げモーメントを受けながら駆動していると予想される。特に曲げモーメントを受ける場合、表面では内部に比べ高応力にさらされる。そういった部品・部位に対し、本技術によって意図的に表面変質層を付与しておけば、疲労破壊を未然に防ぐことができ、信頼性向上につながることを期待される。

#### 4.2. 実用化へ向けた課題

表面変質層が生じることで最も懸念されるのは、 $\gamma$ 系 SUS が有する耐食性への影響である。特に本研究で対象としている $\gamma$ 系 SUS において、腐食トラブル事例の中で最も件数が多いとされるのは応力腐食割れ(SCC)と言われており<sup>17)</sup>、耐SCC性への影響を評価しておく必要がある。次年度は表面変質層が耐食性に及ぼす影響を重点的に検討する計画である。

最後に、本研究で用いた試験片の加工はすべて県内の機械加工業者に委託した。

また、本研究で使用した疲労試験機およびマイクロビッカース硬さ試験機は電源立地地域対策交付金、非線形構造解析システムおよび研磨装置は公益財団法人 JKA 補助金により導入したものである。

#### 参考文献

- 1) K. Kawamura, 精密工学会学術講演会講演論文集 (2014) 569–570.
- 2) S. SAKAMOTO, K. TAKAHASHI, K. KAWAMURA, Proc. Mech. Eng. Congr. Japan 2016 (2016) S1310207.
- 3) K. Kawamura, S. Sakamoto, R. Iwamoto, S. Integrity, 61 (2017) 488–493.
- 4) N. Nagaishi, Y. Taguri, K. Hoaki, T. Hirai, 佐賀県工業技術センター 研究報告書 (2020) 17–23.
- 5) Z. Gao, B. Qiu, X. Wang, Y. Jiang, Int. J. Fatigue 32 (2010) 1960–1969.
- 6) N. Nagaishi, M. Yoshikawa, S. Okazaki, H. Matsunaga, J. Yamabe, S. Matsuoka, in: Vol. 6B Mater. Fabr., American Society of Mechanical Engineers, 2018, p. V06BT06A032.
- 7) M. Gladskyi, A. Fatemi, Int. J. Fatigue 55 (2013) 43–53.
- 8) K. Molski, G. Glinka, Mater. Sci. Eng. 50 (1981) 93–100.
- 9) H. Neuber, J. Appl. Mech. 28 (1961) 544–550.
- 10) N. Nagaishi, H. Matsunaga, 佐賀県工業技術センター 研究報告書 (2017) 1–8.
- 11) N. Nagaishi, H. Matsunaga, 佐賀県工業技術センター 研究報告書 (2018) 1–5.
- 12) N. Noda, H. Nisitani, Y. Takase, M. Shinozaki, Trans. Japan Soc. Mech. Eng. Ser. A 63 (1997) 1926–1931.
- 13) J.L. Chaboche, Int. J. Plast. 2 (1986) 149–188.
- 14) S. SUZUKI, J. Smart Process. 9 (2019) 20–27.
- 15) S. Furukane, S. Torizuka, Tetsu-to-Hagane 105 (2019) 827–836.
- 16) K. Hirano, K. Enomoto, E. Hayashi, K. Kurosawa, Zair. Soc. Mater. Sci. Japan 45 (1996) 740–745.
- 17) 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.