

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1報）

—DEM法の形状変化部への適用および耐摩耗性への影響に関する検討—

材料環境部

永石尚昭 帆秋圭司

株式会社香田製作所

香田和則

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。形状変化部に対し高品質な表面変質層を付与する方法の確立に向け、旋削加工による丸棒端面(平面部)へのDEM法の適用を試みた。さらに、DEM法が適用された平面部に対して摩擦摩耗試験を行い、DEM法が耐摩耗性に及ぼす影響を実験的に評価した。その結果、丸棒側面に適用した場合と同等の硬さを持つ表面状態を得ることが可能となり、耐摩耗性の向上効果が確認できた。

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おり、人々の生活を支える重要な役割を担っている。また、ステンレス鋼の高い耐食性・メンテナンス性・リサイクル性は長寿命化を可能としている。さらに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、現代社会に必要不可欠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メリットについて検討を行ってきた。その結果、1.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¹⁾、2.硬さ上昇の要因は加工部表面近傍の局所的な塑性変形、すなわち加工硬化であること²⁾、3.オーステナイト系ステンレス鋼の疲労強度を向上する効果があり、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こと²⁾、4.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こと³⁾、以上の4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、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する可能性を秘めている。

しかし、これまでの実験対象は比較的単純形状か

つ一部の領域(丸棒側面)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、孔部などの形状変化部に対しても同じ効果が得られるかは検討できていない。また、長寿命化の評価指標のひとつである「耐摩耗性」についても未検討であり、DEM法の実用化に向けて取り組むべき重要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た第一歩として、旋削加工による丸棒端面(平面部)へのDEM法の適用を試みた。さらに、DEM法が適用された平面部に対して摩擦摩耗試験を行い、表面変質層が耐摩耗性に及ぼす影響を実験的に評価した。

2. 実験方法

2.1 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φ20mm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。

2.2 試験片

旋削加工による丸棒端面(平面部)へのDEM法の適用可否を検討するために、NC旋盤を用いて加工実験を行った。図1に示す試験片形状の黄色部(NC旋盤の主軸と直交する面)にDEM法を適用した。なお、中央部のφ3mm穴は、加工時のセンター穴ならびに摩擦摩耗試験機のターンテーブルへ固定する際に使用する穴であり、この加工にはDEM法は適用

していない。

2.3 金属組織観察および硬さ試験

DEM 法によって平面部に表面変質層が付与されているかを検討するために、金属組織観察および硬さ試験を行った。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、反射電子像を取得した。加速電圧は 15kV とした。加えて、結晶粒径の変化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 μm 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⁴⁾)が 0.1 以下の点は後述する各種マップを表示するデータから除外した。

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 μm 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。

2.4 摩擦摩耗試験

摩擦摩耗試験にはボールオンディスク式の摩擦摩耗試験機(新東科学株式会社製 TYPE:20)を用いた。試験の概略と試験条件を図 2 および表 1 に示す。DEM 法が耐摩耗性に及ぼす影響を調べるために、DEM 法を適用した試験片と、DEM 法を適用していない試験片を準備した。試験片は中心が試験機のターンテーブル中心と一致するように固定し、相手材(直径 3/8inch Al₂O₃ 球)は試験片およびターンテーブルの中心から R=5mm の位置となるように設定した。試験荷重 F はアルミナ球直上におもりを積載することで負荷した。試験条件は①高荷重(1000gf)–低速(30rpm)、②低荷重(300gf)–高速(600rpm)とした。摩耗試験後、試験片についての円状摩耗痕を 90 度ごと等配に 4 つの位置における断面プロファイルをレーザー顕微鏡(オリンパス株式会社製 OLS-4100)でスキャンし、4 点の平均摩耗痕断面積 S を求めた。

耐摩耗性を評価するために、摩耗体積 V(mm³)を式(1)より求めた。

$$V = 2\pi RS \dots (1)$$

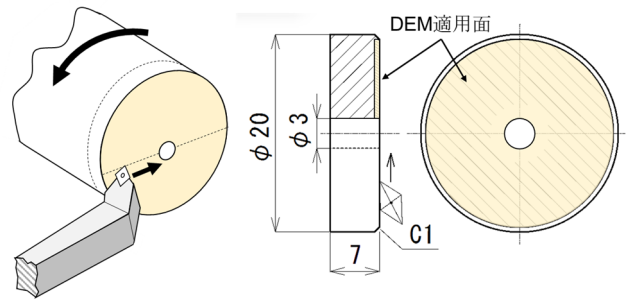


図 1 試験片形状と寸法

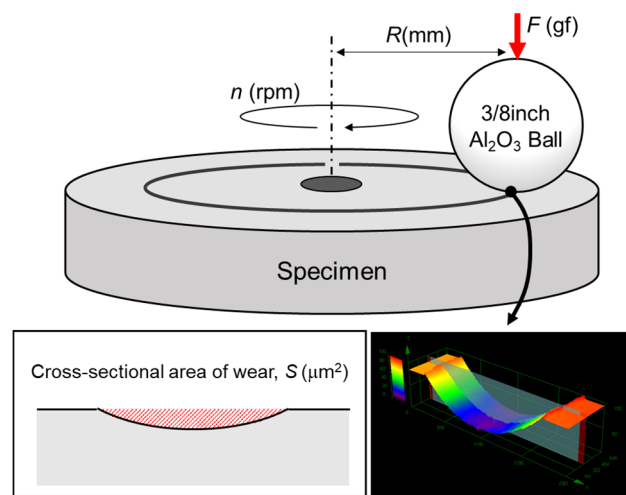


図 2 摩擦摩耗試験の概略

表 1 摩擦摩耗試験条件

| | ① | ② |
|------------------------|--------------------------------------|-----------|
| 試験片 | a.DEM適用材 | b.固溶化熱処理材 |
| 試験形式 | Ball on Disc式 (相手材:3/8inch.アルミナ球) | |
| 試験環境 | 室温大気中 20 ~ 25degC | |
| 潤滑 | なし | |
| 試験半径 R (mm) | 5mm | |
| 試験荷重 F (gf) | 1000 | 300 |
| 回転数 n (rpm) | 30 | 600 |
| 平均接触面圧 ρ (MPa) | 797 | 534 |
| 試験時間 t (sec) | 500, 1000, 1500, 2000 | |

次に、摩擦距離 D_s を式(2)により求めた。

$$D_s = \frac{2\pi n t R}{60} \quad \dots (2)$$

ここで、 S は平均摩擦痕断面積、 R は試験半径、 n は回転数、 t は試験時間である。

また、 $V-D_s$ グラフの傾きから体積摩耗率 5K_v を決定した。体積摩耗率 K_v の値が小さいほど、耐摩耗性に優れていることを意味する。

3. 実験結果および考察

3.1 丸棒端面（平面部）へのDEM法の適用

図3に丸棒端面にDEM法を適用した場合の硬さ分布を示す。横軸に加工面から深さ方向の距離、縦軸にビッカース硬さをとって整理した。併せて、丸棒側面にDEM法を適用した場合の硬さ分布を比較のために示す。加工面近傍において著しい硬さの上昇がみられ、内部に進むにしたがって徐々に材料の初期硬さに漸近した。加工面から約200 μm まで硬さに変化がみられ、側面に適用した場合と比較すると、最高硬さはほぼ同じであるものの、端面に適用した方がより深い位置まで硬さの上昇がみられた。

図4に走査電子顕微鏡により取得した(a)金属組織の反射電子像、EBSDで取得した(b)IPF(Inverse pole figure)マップ、(c)KAM(Kernel Average Misorientation)マップを示す。IPFマップは逆極点図を基にした結晶方位を示すマップである。KAMマップは局所的方位変化の度合いを示すマップ⁴⁾であり、この値が大きいと局所的な方位変化が大きく、塑性変形している領域と解釈される。

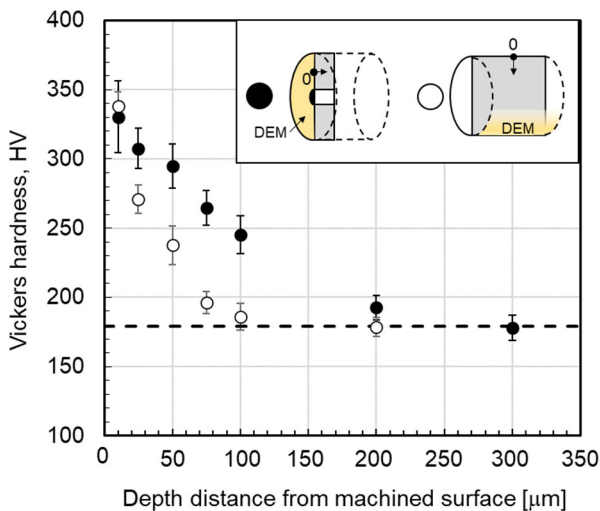


図3 DEM法適用面からの深さ方向と硬さの関係

(a)反射電子像および(b)IPFマップより、加工面から数 μm にわたる領域では、試料内部と異なる組織が観察され、結晶方位はランダムに配向し、サブミクロンサイズに微細化していることが分かる。さらに(c)KAMマップによると、加工面直下では特に塑性変形のレベルが高く、結晶粒は大きく歪んでいることが分かる。材料内部に進むにつれて徐々にそのレベルは低下し、DEM法によって塑性変形した領域の深さは約100 μm であると判断される。この深さは、硬さの上昇がみられた深さと概ね一致する(図3)。これまでの丸棒側面にDEM法を適用した場合の加工面近傍においても、同様の金属組織が観察されており、硬さの上昇の原因は塑性変形による加工硬化によるものとKAMマップからも確認することができた。

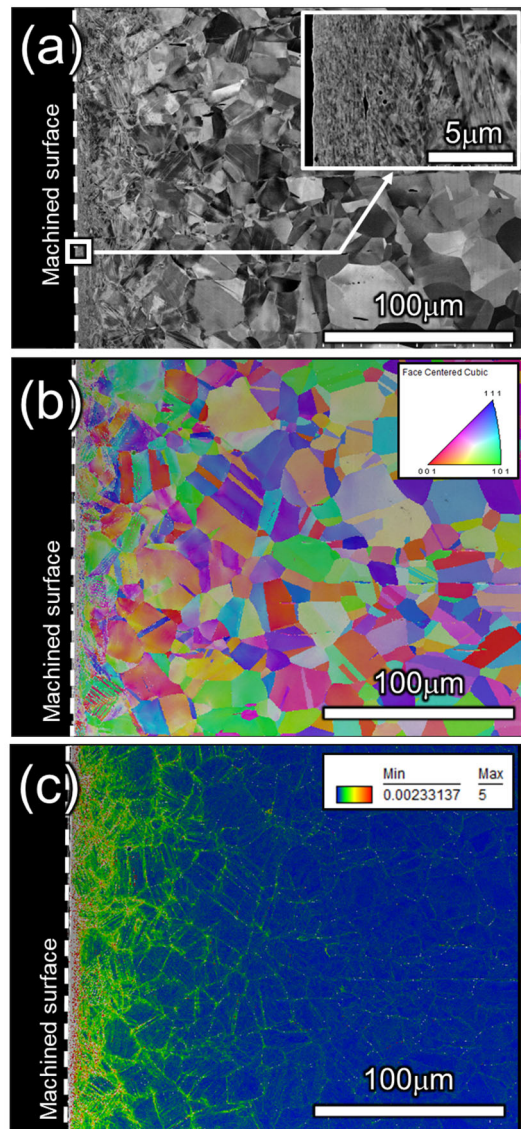


図4 金属組織観察結果

(a)反射電子像、(b)IPFマップ、(c)KAMマップ

以上の結果から、我々が提案している旋削加工における DEM 法は丸棒の側面だけでなく丸棒の端面(平面部)に対しても有効であることが示された。つまり、丸棒だけでなく角棒の端面や段付き部の縦壁面など、旋盤主軸と直交する面であれば DEM 法によって高強度化することが可能であり、DEM 法の実製品への適用可能範囲が大きく広がったと言える。

3.2 DEM 法が耐摩耗性に及ぼす影響

図5に摩擦摩耗試験における摩耗体積と摩耗距離($V-D_s$)の関係を示す。試験時間が長くなるごとに摩耗体積は線形的に増大する傾向は DEM 法適用試験片と未適用試験片ともに同じである。また、表1に示した試験条件①、②いずれにおいても DEM 法適用試験片の方が未適用試験片に比べ摩耗体積が少なかった。この結果から体積摩耗率 K_v を算出すると、試験条件①において、DEM 法適用試験片は $2.541 \times 10^{-6} \text{mm}^3/\text{mm}$ であるのに対し、未適用試験片は $3.280 \times 10^{-6} \text{mm}^3/\text{mm}$ であった。試験条件②において、DEM 法適用試験片は $1.079 \times 10^{-6} \text{mm}^3/\text{mm}$ であるのに対し、未適用試験片は $1.380 \times 10^{-6} \text{mm}^3/\text{mm}$ であった。体積摩耗率はいずれの場合においても DEM 法を適用した方が約 22%低い傾向にあり、DEM 法の適用によってステンレス鋼材 SUS316L の耐摩耗性を改善できることを示唆する結果を得た。

DEM 法と同様、塑性変形による材料の加工硬化を利用した表面強化処理(例：ショットピーニング、レーザーピーニングなど)を施したオーステナイト系ステンレス鋼の耐摩耗性について記述した文献によると、これらの処理が耐摩耗性に及ぼす影響について統一的な見解がなされていない。

例えば、P.F.Wang らは、SMRT(surface mechanical rolling treatment)処理により表面硬化した SUS316L 材の潤滑状態と無潤滑状態における耐摩耗性を評価した結果、どちらの環境においても未処理材に比べ優れた耐摩耗性を示したと報告している⁶⁾。W.Xinlong らは、WSP(wet shot peening)により表面処理した SUS304 材の耐摩耗性と耐食性を評価した結果、未処理材に比べ耐摩耗性、耐食性が著しく向上したと報告している⁷⁾。Yang Li らは、SFBC(supersonic fine particle bombardment)技術によって SUS304 材表面近傍にナノ結晶層の導入、高硬度化を行った結果、耐摩耗性が向上したとし、酸化膜の安定度が影響すると主張している⁸⁾。Wang, X らは、ショットピーニングと熱処理を組み合わせることで表面近傍の組織を微細化することで、未処理材に比べ耐食性、耐摩耗性が著しく向上した⁹⁾と報告している。

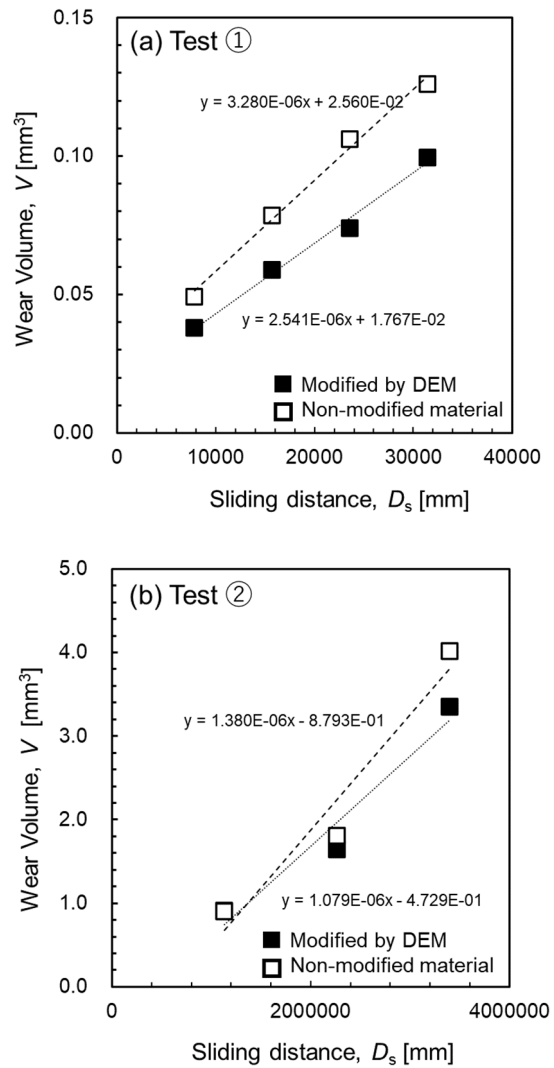


図5 摩耗体積－摩耗距離の関係
(a)試験条件①、(b)試験条件②

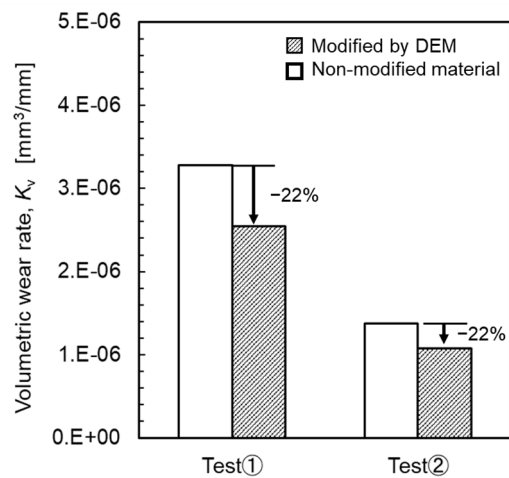


図6 DEM 法適用材と未適用材の比摩耗率の比較

その一方で、Y.Sun は、SMA(surface mechanical attrition)処理によって表面硬化した SUS304 材の耐摩耗性を評価した結果、未処理材に比べ潤滑状態での耐摩耗性は向上するものの、無潤滑状態ではメリットが見いだせなかったと報告している¹⁰⁾。

以上のように、耐摩耗性の向上効果を主張する文献、劣化を主張する文献が多数存在する。一方、今回我々が行った実験条件の範囲においては良好な結果が得られており、DEM 法を適用することによって疲労強度の向上や耐応力腐食割れ性の向上に加え、耐摩耗性の向上という新たなメリットを示すことができた。これは DEM 法を実用化するにあたり、適用可能部品(領域)の拡大につながるものと考えられる。

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た第一歩として、旋削加工による丸棒端面(平面部)への DEM 法の適用を試みた。その結果、丸棒側面へ適用した場合と同等の硬さを持つ表面状態を得ることができ、DEM 法によって長寿命化できる加工品の範囲が大幅に広がった。

さらに、DEM 法が適用された平面部に対して摩擦摩耗試験を行い、耐摩耗性へ及ぼす影響を実験的に評価した。その結果、未適用材に比べ体積摩耗率が約 22%低い傾向にあり、DEM 法を適用することで SUS316L 材の耐摩耗性を向上することが可能であることが確認された。今後は、角部などの形状変化部への DEM 法適用可能性を検討する計画である。

また、耐摩耗性については多くの文献による報告から、条件によっては耐摩耗性の向上効果がみられない場合もあるため、試験荷重や試験速度の範囲を広げ、より詳細な検討を進めていきたい。

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、レーザー顕微鏡、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。また、摩擦摩耗試験機は公益財団法人 JKA の補助により導入した機器である。

参考文献

- 1) N. Nagaishi, Y. Taguri, K. Hoaki, T. Hirai, 佐賀県工業技術センター 研究報告書 (2021) 17-23.
- 2) 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.
- 3) 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.
- 4) S. Suzuki, EBSD 読本 改訂第 4 版, 2021.
- 5) Y. UCHIYAMA, NIPPON GOMU KYOKAISHI 90 (2017) 395-400.
- 6) P.F. Wang, Z. Han, J Mater Sci Technol 34 (2018) 1835-1842.
- 7) X. Wei, D. Zhu, W. Zhu, D. Wu, J. Li, C. Zhang, Int J Electrochem Sci 15 (2020) 4840-4852.
- 8) Y. Li, Y. Lian, F. Jing, T. He, Y. Zou, Appl Surf Sci 627 (2023) 157334.
- 9) X.Y. Wang, D.Y. Li, Wear 255 (2003) 836-845.
- 10) Y. Sun, Tribol Int 57 (2013) 67-75.