

## 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2報）

—面内方位を考慮した侵入深さ一定法による旋削加工面の残留応力測定—

材料環境部

永石尚昭 帆秋圭司

九州シンクロトロン光研究センター

馬込栄輔

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、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(DEM法)の確立を目指している。本報では、DEM法を適用したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L, SUS304 の加工部に対し、九州シンクロトロン光研究センターの放射光を X 線源とした「面内異方性を考慮した侵入深さ一定法」による残留応力測定および  $2\theta$  走査測定を行った。その結果、SUS316L および SUS304 丸棒端面を加工する際に DEM 法を適用した場合、送り方向・切削方向にかかわらず疲労強度や耐食性の向上につながる圧縮応力が残留した加工面が得られることが明らかとなった。加えて、DEM法による $\alpha'$ 相の発生量は非常に少ないことが明らかとなった。

### 1. はじめに

機械部品や金属製品は、製造工程の中で図面の形状に仕上げるために各種加工が施されており、特に切削や研削などの機械加工が多く用いられる。我々は切削加工時に被削部に生じる表面変質層は「硬い」という特性に注目し、加工時に積極的に表面変質層を誘起させることで金属製品の長寿命化を実現する加工技術、DEM (Durability Enhancement Machining) 法の開発に取り組んでいる。これまでの研究で、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304, SUS316L に対して DEM 法を適用すれば、被削物の疲労強度、耐応力腐食割れ性が向上することを明らかにしている<sup>1,2)</sup>。

一方、我々が注目している表面変質層は、切削加工の際に材料が除去される過程で局所的に破壊や変形が起きた結果生じたものであるため、元の材料とは性質が全く異なる領域である。もとの結晶粒径が数十 $\mu\text{m}$ の材料であっても、加工面直下ではサブミクロンサイズに微細化される。このような金属組織の不均一性が起因となり、DEM法を適用した加工面は高硬度化だけでなく残留応力が生じている可能性が高い。

残留応力は外力が作用していない状態で、物体内部で静的に釣り合いを保っている弾性応力であり、外力や組織変化などにより形状変化や体積変化が生じたときに発生する<sup>3)</sup>。残留応力は引張応力または

圧縮応力のいずれかであり、引張応力が残留する場合、き裂の発生・進展の駆動力となるため疲労強度の低下を招く。一方、圧縮応力が残留する場合はその逆で、疲労強度の向上へとつながる<sup>4)</sup>上に、耐食性が向上するとの報告もある<sup>5)</sup>。これまで、圧縮応力が残留した状態の方が機械部品や金属製品の耐久性の面で好ましいため、圧縮残留応力を発生させるための各種表面処理が積極的に利用されている。例えば、高周波熱処理はマルテンサイト変態が生じることによる材料表面近傍の体積膨張を利用して圧縮応力を生じさせている。ショットピーニングでは、ピーニング粒子の衝突力によって材料表面を押し広げることで、圧縮の残留応力が生じる。レーザーピーニングではアブレーション作用を利用し、圧縮残留応力を発生させている。

残留応力を測定する方法は破壊的な方法と非破壊的な方法に大別される。非破壊測定法としての X 線応力測定法は、多結晶材料の残留応力測定法として最も広く利用されており、測定サンプルに照射された入射 X 線が特定の方向に反射する現象である X 線回折を利用している。特に  $\sin^2\psi$ 法は、試料表面法線ベクトルと散乱ベクトルとがなす角  $\psi$  を制御した回折測定を行い、 $\psi$  に対する格子歪分布の情報から残留応力値を得る手法である。測定される応力は、X 線が材料内部に侵入する深さにより定まる測定領域における平均値となる。例えば鉄鋼材料だと、侵入深

さは約 10  $\mu\text{m}$  である。

我々が提案している DEM 法をオーステナイト系ステンレス鋼に適用した場合、最も結晶粒の微細化が著しい領域は加工面から深さ約 5  $\mu\text{m}$  程度である。材料内部とは組織の様相が異なっており、残留応力の値は異なり応力勾配が存在すると予想される。

特定の深さの応力値を正確に把握するためには、X 線の侵入深さを厳密に制御する必要があるが、一般的な X 線回折装置では、X 線エネルギー（波長）が一定であるため侵入深さは材料に依存する上に、 $\psi$ 角が変化することで侵入深さおよび照射範囲が変化するため、応力勾配が大きい材料の応力値を正確に測定することが難しい。

このような表面処理を施した金属材料の表面近傍の残留応力を正確に把握するために、高エネルギー放射光施設を利用した応力測定が行われている<sup>9)</sup>。X 線エネルギーの変更により侵入深さを調整しつつ、多軸回折装置の動作を工夫することで侵入深さを一定に保ちながら  $\sin^2\psi$ 法による測定が可能であるため、応力勾配の大きい場合でも正確に特定の深さの残留応力を把握することができる。さらに、旋削加工面における特定の方向(切削方向、送り方向)に注目した測定が可能であるため、残留応力の異方性を評価することができる。

本研究では、九州シンクロトロン光研究センターの放射光を X 線源とした「面内異方性を考慮した侵入深さ一定法」を用いて、DEM 法が適用されたオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304, SUS316L の表層部の残留応力測定を試みた。

表 1 供試材の機械的性質

	Yield stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile stress $\sigma_B$ (MPa)	Vickers hardness HV	Average Grain size ( $\mu\text{m}$ )
SUS316L	270	574	179	24
SUS304	326	638	203	25

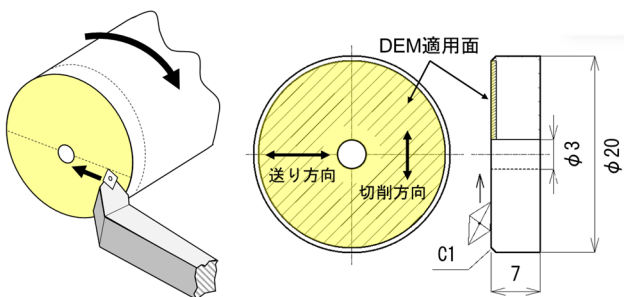


図 1 試験片形状

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

供試材に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 および SUS304 の $\phi 20$  mm 丸棒を用いた。SUS316L の化学成分 (mass%) は 0.024C-0.53Si-1.32Mn-0.036P-0.017S-12.05Ni-17.25Cr-0.16Co である。SUS304 の化学成分 (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を表 1 に示す(ミルシートより抜粋)。

### 2.2 試験片

残留応力測定実験の試験片形状を図 1 に示す。加工機に NC 旋盤を用い、DEM 法は図中の黄色部(NC 旋盤の主軸と直交する面)に適用した。DEM 法適用面の金属組織を図 2 に、深さ方向硬さ分布を図 3 にそれぞれ示す。

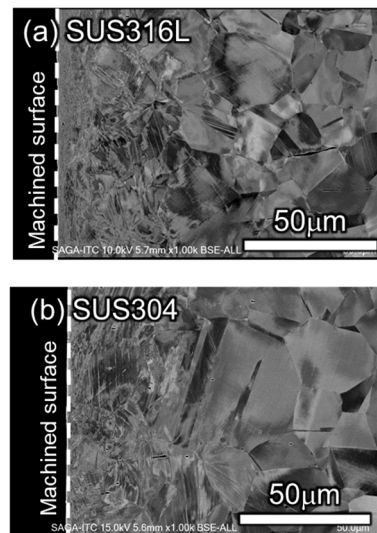


図 2 DEM 法適用面の金属組織(断面)

(a)SUS316L, (b)SUS304

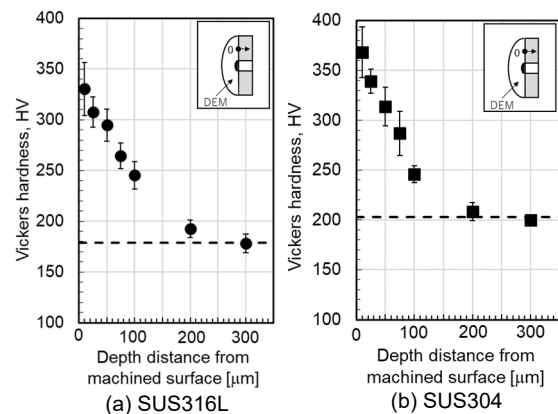


図 3 深さ方向硬さ分布 (a)SUS316L, (b)SUS304

### 2.3 残留応力測定, 2θ走査測定

図4に多軸回折装置の駆動概念図を示す。X線侵入深さと $\psi$ 角は、多軸回折装置の試料方位制御軸 $\omega$ ,  $\chi$ ,  $\phi$ で制御され、回折線は、X線検出器制御軸 $2\theta$ で制御されるX線検出器で測定される。今回の実験は、高エネルギーのX線が得られ、交差精度が極めて高い多軸回折装置が設置されているビームラインBL07で測定を行った。残留応力測定の測定条件を表2に示す。今回は残留応力測定に加え、マルテンサイト相の存在を確認するために $2\theta$ 走査測定を行った。 $2\theta$ 走査測定の測定条件を表3に示す。

どちらの測定も入射X線エネルギーは $E = 12.0$  keVと $18.5$  keVで、入射X線サイズは $0.5\text{ mm} \times 0.5\text{ mm}$ である。X線検出器には2次元X線検出器(DECTRIS社製, PILATUS 100K)を用いた。残留応力測定は、 $E = 12.0$  keVではX線侵入深さ $T = 3\text{ }\mu\text{m}$ ,  $E = 18.5$  keVではX線侵入深さ $T = 10\text{ }\mu\text{m}$ に設定し、それぞれの測定ミラー指数を422と642とした。これらの指数を、送り方向と切削方向の2方向について、 $\sin^2\psi = 0.20 \sim 0.45$ の範囲を $0.05$ 間隔で測定した。 $2\theta$ 走査測定は、X線入射角を $10^\circ$ に設定し、 $2\theta = 14 \sim 93^\circ$ の範囲を $0.03^\circ$ 間隔の条件で行った。

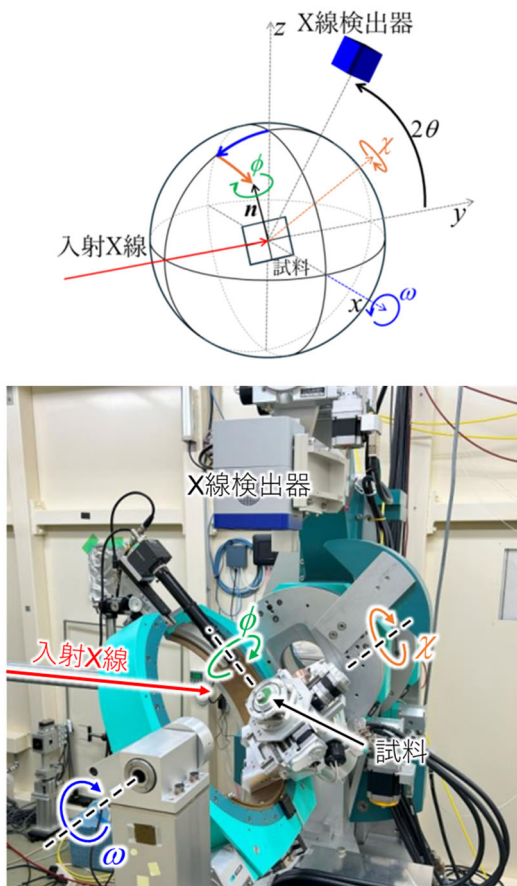


図4 多軸回折装置の駆動概念図

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 残留応力測定結果

図5および図6にSUS316LとSUS304における $T = 10\text{ }\mu\text{m}$ ,  $3\text{ }\mu\text{m}$ での回折プロファイルの $\sin^2\psi$ 依存を示す。ピーク位置は全てのプロファイルで $\sin^2\psi$ の増加に伴い高角度側に僅かにシフトしている。試料方位で比較すると、送り方向でシフトは大きい。これらの回折線について左右対称なPseudo-Voigt関数によるプロファイルフィッティングを行いピーク位置、半値幅を見積もった。フィッティングは良好であり、見積もられたピーク位置から格子歪 $\Delta d/d_{st}$ を求めた。 $d_{st}$ は、格子定数の文献値, SUS316:  $3.594\text{ }\text{\AA}$ , SUS304:  $3.591\text{ }\text{\AA}$ を用いて計算したものである。図7および図8にSUS316LとSUS304の $\Delta d/d_{st}$ の $\sin^2\psi$ 依存をそれぞれ示す。これらの近似直線を引き、切片と傾きを求めた。切片は全試料において正で、 $\sin^2\psi = 0$ の方向では膨張する傾向にある。傾きは全試料において負で、 $\sin^2\psi$ の増加に伴い減少する傾向にある。これらの傾きから残留応力値を求めた結果を表4にまとめて示す。また、見積もられた半値幅からシェラーの式に基づいて結晶子サイズを求めた結果をあわせて表4に示す。残留応力値を求める際、ヤング率とポアソン比は、それぞれ $193,000\text{ MPa}$ ,  $0.28$ を用いた。結晶子サイズを求める際、光学系起因の半値幅(Si標準粉末試料の測定から得られた半値幅)を考慮している。

残留応力値は、両試料ともに送り方向で大きく、切削方向で小さい傾向にある。同一試料で $T = 10\text{ }\mu\text{m}$

表2 残留応力測定条件

X線エネルギー (keV)	12.0, 18.5
X線サイズ (mm)	0.5×0.5
測定ミラー指数	422, 642
X線侵入深さ ( $\mu\text{m}$ )	3, 10
$2\theta$ 範囲 ( $^\circ$ )	81 - 95
$2\theta$ 間隔 ( $^\circ$ )	0.03
$\sin^2\psi$ 範囲	0.20 - 0.45
$\sin^2\psi$ 間隔	0.05
測定方位	送り方向, 切削方向

表3  $2\theta$ 走査測定条件

X線エネルギー (keV)	12.0, 18.5
X線サイズ (mm)	0.5×0.5
X線入射角 ( $^\circ$ )	10
$2\theta$ 範囲 ( $^\circ$ )	14 - 93
$2\theta$ 間隔 ( $^\circ$ )	0.03

と  $T = 3 \mu\text{m}$  の場合を比較すると、両試料ともに  $T = 3 \mu\text{m}$  で小さくなっており、残留応力が緩和する傾向がみられる。結晶子サイズについては両試料ともに  $16 \text{ nm}$  程度であった。

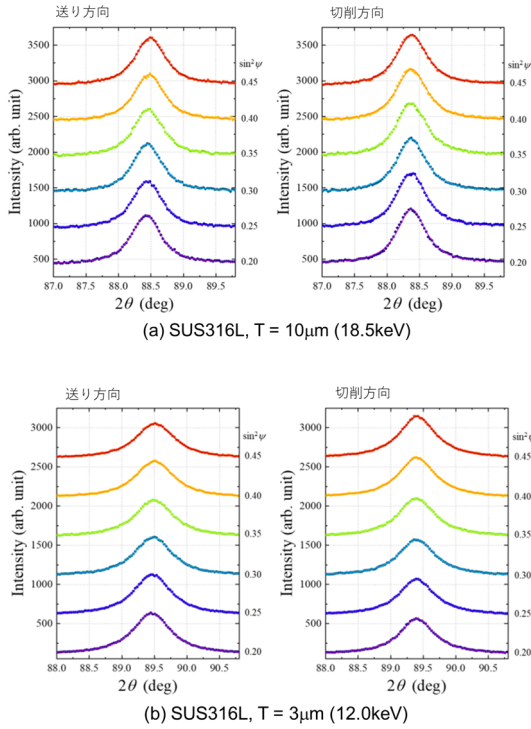


図5 SUS316L：回折プロファイルの  $\sin^2\psi$  依存

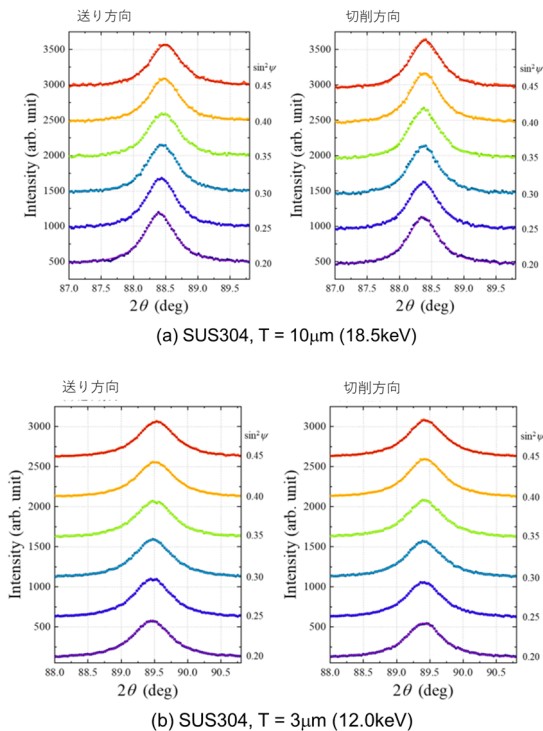


図6 SUS304：回折プロファイルの  $\sin^2\psi$  依存

### 3.2 2θ走査測定結果

図9および図10は、 $E = 18.5 \text{ keV}$ ,  $12.0 \text{ keV}$  での  $2\theta$  走査測定により得られた回折パターンである。仮に未加工の供試材を測定した場合、全てオーステナイト相であるため、緑点線の位置に回折線のピークは現れない。一方、 $\alpha'$ 相(マルテンサイト相)が存在する場合、緑点線の位置に回折線のピークが現れる。

SUS316L, SUS304 のいずれにおいても僅かに  $\alpha'$  相のピークが観測された。  $\gamma$  相と  $\alpha'$  相の回折強度比は X 線侵入深さに依存しており、侵入深さの小さい  $12.0 \text{ keV}$  で  $\alpha'$  相のピークが大きくみえる。このことから  $\alpha'$  相は表面近傍に偏在しており、DEM 法によって誘起されたものと考えられる。

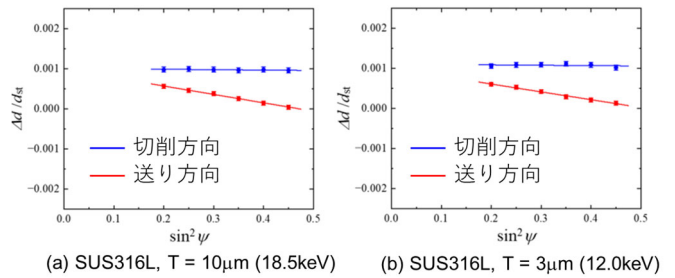


図7 SUS316L： $\Delta d/d_{st}$  の  $\sin^2\psi$  依存

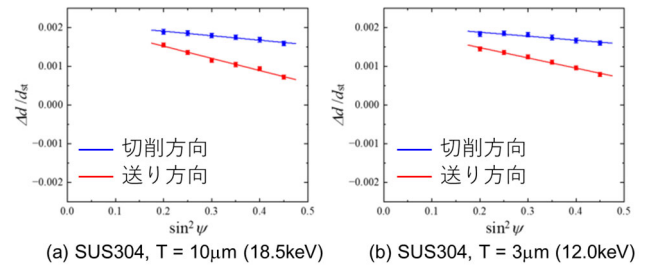


図8 SUS304： $\Delta d/d_{st}$  の  $\sin^2\psi$  依存

表4 残留応力および結晶子サイズの測定結果

試料	X線侵入深さ $T(\mu\text{m})$	残留応力値(MPa)		結晶子サイズ (nm)
		送り方向	切削方向	
SUS316L	10	-316 (10)	-16 (10)	16 (5)
	3	-295 (20)	-14 (30)	17 (5)
SUS304	10	-473 (30)	-175 (20)	15 (5)
	3	-400 (20)	-155 (30)	17 (5)

( )内の数値は誤差を示す。

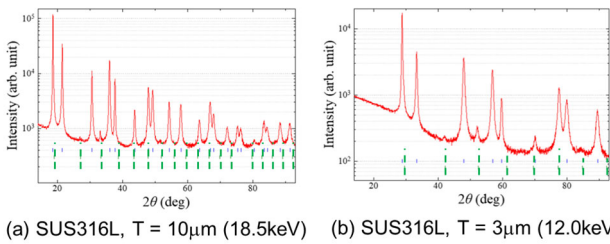


図9 SUS316L:2θ走査測定結果

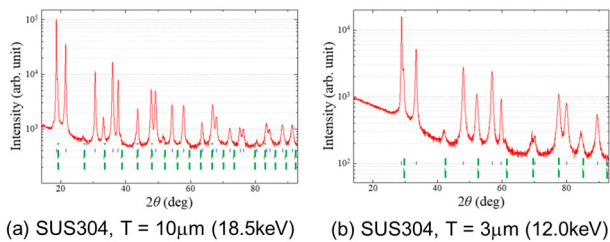


図10 SUS304:2θ走査測定結果

また、 $\alpha'$ 相の含有量は SUS304 の方が比較的高かった。観測された回折強度比は試料の配向性に依存するため、正確な $\alpha'$ 相の含有量の見積もりは難しいが、SUS304 で質量分率 5%程度と予想される。

### 3.3 考察

SUS316L および SUS304 丸棒端面を加工する際に DEM 法を適用した場合、送り方向・切削方向にかかわらず圧縮応力が残留した加工面が得られることが今回の測定で明らかとなった。

機械部品や金属製品の耐久性の面では圧縮応力が残留した状態の方が好ましいとされている。我々が行った先行研究において、丸棒側面を加工する際に DEM 法を適用した場合でも、一般的な残留応力測定装置で測定した結果からは、圧縮応力が残留した加工面が得られることが明らかになっており、丸棒側面・端面いずれにおいても圧縮応力を付与することができる DEM 法は金属の耐久性に対する応用範囲が広いと考えられる。

一方、SUS304 は SUS316L に比べオーステナイト相の安定度を示す積層欠陥エネルギーが低く、塑性変形時に $\alpha'$ 相が生じやすい。 $\alpha'$ 相は耐摩耗性や耐食性を劣化させるため、加工面直下に塑性変形を生じさせる DEM 法を SUS304 に適用した場合、 $\alpha'$ 相が多量に誘起され、耐久性に悪影響を及ぼすことを懸念していたが、 $\alpha'$ 相の含有率はわずか 5%程度と予想よりも低い結果であった。SUS304 はひずみ速度が

高いほど $\alpha'$ 相の生成量が減少することが報告<sup>8)</sup>されており、今回の試験片は旋削によって調製されているため加工部の変形速度(ひずみ速度)が非常に高く、 $\alpha'$ 相の生成量が低く抑えられたと予想される。

### 4. おわりに

九州シンクロトロン光研究センターの放射光を X 線源とした「面内異方性を考慮した侵入深さ一定法」を用いて、DEM 法を適用したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304, SUS316L の残留応力測定を行った結果、DEM 法によって、送り方向・切削方向にかかわらず疲労強度や耐食性の向上につながる圧縮応力が残留した加工面が得られることを明らかにした。また、耐食性への影響が懸念される $\alpha'$ 相が表面に誘起されるものの、その含有率は 5%程度と低いため、影響は小さいと予想される。今後、電気化学測定実験などを用いてより詳細に検証を行う予定である。

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。

最後に、放射光 X 線による残留応力測定は九州シンクロトロン光研究センター(SAGA-LS)の県有ビームラインである BL07 にて実施した(課題番号: 23110K)。

### 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) K. Murata, K. Yamaguchi, K. Adachi, S. Honda, 大阪府立産業技術総合研究所 15 (2001) 27-36.
- 4) 日本材料学会, 疲労設計便覧, 養賢堂, 1995.
- 5) Takakuwa, H. Soyama, *Advances in Chemical Engineering and Science* 05 (2015) 62-71.
- 6) 佐野雄二, 正木清孝, 秋田貢一, 久保達也, 佐藤真直, 梶原堅太郎, *The Japanese Society for Synchrotron Radiation Research* 21 (2008) 270-278.
- 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.
- 8) H. TOKUNAGA, A. NOMOTO, T. KUMAGAI, H. YAMADA, *Journal of the Society of Materials Science, Japan* 73 (2024) 314-319.