

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1報）

材料環境部

永石尚昭 田栗有樹

帆秋圭司 平井智紀

本研究では、オーステナイト系ステンレス鋼の機械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、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た。その結果、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が明らかとなった。さらに、X線回折の結果から、硬さの上昇は加工部表面近傍の局所的な転位密度の増加に由来する材料の加工硬化によるものであることが分かった。

1. はじめに

SUS304 に代表されるオーステナイト系ステンレス鋼(以下、 γ 系 SUS)は高い耐食性を有することから、工業分野で幅広く利用されており、県内の多くの機械製造業者や機械加工業者も機械部品の材料として γ 系 SUS を使用している。一方、 γ 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。 γ 系 SUS が有する耐食性に加え、強度が要求される部材には、ショットピーニングなどの特殊な表面処理を施すか、加工性の悪い冷間加工材を用いることで対応しているのが現状である。

このような状況の中、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¹⁻⁴⁾。県内企業の加工現場においては、表面変質層は硬く加工性を著しく低下させるというネガティブな印象が強いが、上記技術はあえて表面変質層を生成し、加工面に残留させることで、加工品の高硬度化、つまり高強度化を実現するものである。

一般的に金属表面の硬さと疲労強度は強い相関があることが知られている⁵⁻⁹⁾。炭素鋼や低合金鋼に用いられる高周波焼入れや浸炭処理、窒化処理は、材料表面を硬化して疲労き裂の発生を抑制し、疲労強度を改善するものである⁷⁻⁹⁾。従って、 γ 系 SUS の表面を硬化し部材の強度を向上させるという目的のために表面変質層を利用することは理にかなっており、実用化の観点からも有効であると考えられる。

また、前述の特殊な表面処理工程を省くことでコストやリードタイムが削減され、競争力の向上が期

待される。一方、SUS304 は準安定系に属し、冷間加工によってマルテンサイト変態が誘起¹⁰⁻¹²⁾され、耐食性が劣化するという報告¹³⁻¹⁵⁾があり、表面変質層の生成状態によっては耐食性に悪影響をおよぼす可能性もある。

そこで本研究では、上記技術の実用化に向けて、切削や研削などの機械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討することを目的として次の取り組みを行った。

まず予備実験として、後述する様々な条件で加工を行い、加工部に生じた表面変質層の違いを硬さおよび金属組織の状態から考察した。次に、本実験として各種加工条件と表面変質層の硬さの相関を品質工学の L_{18} 直交実験や解析法により明らかにした。さらに、X線回折により硬さの変化の要因を推定した。

2. 実験方法

2.1 予備実験

本実験の前に、以下に述べる様々な加工条件で予備実験を行い、加工部に生じた表面変質層の硬さおよび金属組織の状態を調べた。供試材には固溶化熱処理(1050°C×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 $\phi 8\text{mm}$ を用いた。表1に化学成分を示す。固溶化熱処理後の硬さは 183HV、平均結晶粒径は 33 μm であった。

予備実験に用いた試験片形状を図1に示す。 $\phi 7\text{mm}$ に加工された部分が表面変質層の評価部である。予備実験における加工条件は旋削加工において

基本的なパラメータである「切削長さ(主軸回転数×送り)」、「切込み量」の組み合わせを変えた4種類とした。加工条件の詳細を表2に示す。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。汎用旋盤でφ8mm → φ7mmに加工した部分を、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ー、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)フューチャテック製 FM-ARS9000)を用いた。負荷試験力は25gf、保持時間は10秒とした。旋削加工面から深さ25μm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。

予備実験において取得した試験片の硬さ分布を図3に示す。縦軸はビッカース硬さ、横軸は旋削加工面からの距離を示している。各試験片の結果を表2に示した記号を用いてプロットした。すべての試験片において、旋削加工面から深さ50μmまでの領域で硬さの上昇が見られ、試験片内部に進むにつれて材料の初期硬さに漸近する傾向にあった。ただし、その最高硬さは試験片毎に異なっていた。例えば、304AM01[■]と304AM02[○]における加工条件の違いは切削長さの値のみであるが、前者の最高硬さは253HV、後者は209HVであった。さらに、304AM01[■]と304AM03[◇]における加工条件の違いは切込み量のみであるが、最高硬さの値は明らかに異なった。

各試験片の硬さに変化が生じた原因を明らかにするために、高解像度走査型電子顕微鏡(日本電子(株)製 JSM-7500F)を用いて金属組織の観察を行った。図4に304AM01と304AM04の旋削加工面近傍の反射電子像を示す。いずれの試験片も、加工面近傍では結晶粒が大きく変形し、冷間圧延鋼板などの塑性加工を施された場合に見られる金属組織の様相を呈しており、加工の影響を強く受け、それに伴って硬さが上昇したものと考えられる。一方、旋削加工面から約100μm内部位置では明確な粒界が見られ初期の結晶の様相を呈しており、加工の影響がおよんでおらず硬さに変化がなかったものと考えられる。

以上のことから、同じ材料を同じ形状に加工した場合であっても、加工条件が違えば加工部に与える影響度が異なることが確かめられた。これは、各加工パラメータが加工部におよぼす影響度を把握し選択すれば、加工部の最高硬さを制御できる可能性を示唆している。

表1 供試材の化学成分

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
Mass%	0.07	0.48	1.85	0.03	0.03	18.5	8.1

Remainder is Fe.

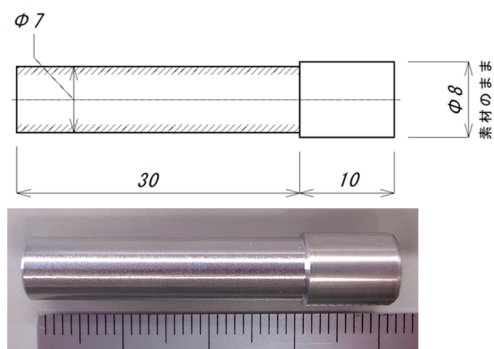


図1 予備実験用試験片

表2 予備実験用加工条件

	T.P. No.	主軸回転数 [rpm]	切込み量 [mm]	切削長さ [mm/min]
■	304AM01	2000	0.5	120
○	304AM02			60
◇	304AM03		0.25	120
▲	304AM04			60

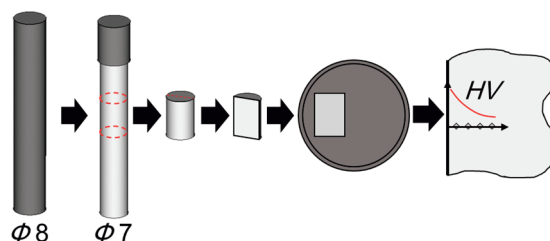


図2 試験片調製手順

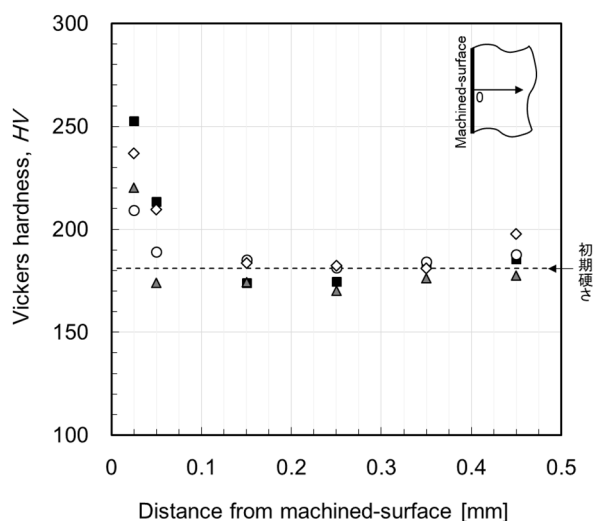


図3 予備実験における試験片の硬さ分布

2.2 加工条件と表面変質層の硬さの相関に関する実験的検討

本研究では表面変質層の硬さの値が異なる試験片を複数シリーズ作製し、それらを用いた疲労試験および耐食性試験の結果を比較することで、表面変質層が疲労強度や耐食性におよぼす影響を評価する方針とした。従って、試験片の評価部を加工する際に意図的に表面変質層を生じさせ、さらにその硬さを制御することが必須となる。そこで、本実験として各種加工条件と表面変質層の硬さの相関を品質工学のL₁₈直交実験や解析法を用いて調べた。

供試材は予備実験と同じものを用いた。本実験では図5に示す「送り方向」、「主軸回転数」、「切削長さ(主軸回転数×送り)」、「切込み量」、「心高」、「油量」の6因子を品質工学のパラメータ設計¹⁶⁾における制御因子として選定し、直交実験の対象とした。試験片は予備実験と同じ形状のもの(図1)を表3の制御因子と水準をL₁₈直交表に割り付けた条件で作製した。割り付けた条件を表4(L₁₈直交表)に示す。作製した試験片に対して予備実験と同じ手順で調製および硬さ試験を行い、表面変質層の硬さを制御することを目的として、感度についての分散分析表および要因効果図を作成した。それらを基に、硬さの値が最も高くなる加工条件と最も低くなる加工条件の組み合わせを推定した。

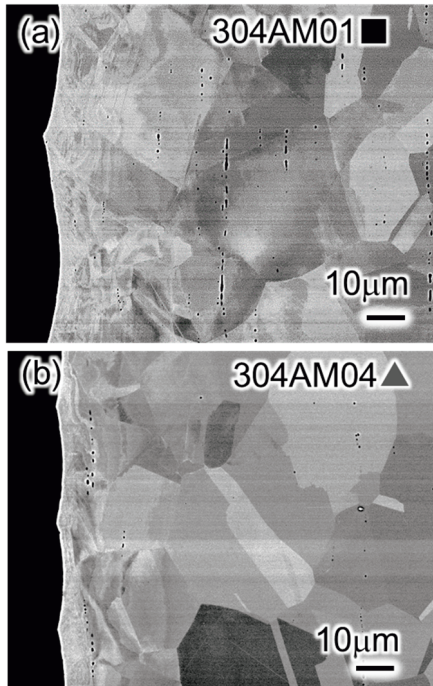


図4 予備実験における旋削加工面近傍の反射電子像 (表面付近に変質層が観察される)

2.3 X線回折

X線回折は試料に照射したX線が試料中の結晶により回折される現象であり、回折パターンには結晶構造やその結晶子サイズ、結晶歪みが反映される。本研究では、旋削加工によって生じた表面変質層のX線回折パターンを取得し、マルテンサイト相の有無および結晶子サイズの変化を確認した。

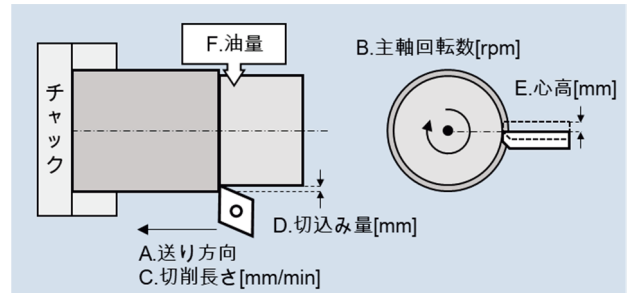


図5 本実験における制御因子

表3 制御因子と水準

制御因子		水準1	水準2	水準3	単位
A	送り方向	順	逆		-
B	主軸回転数	1000	2000	3000	rpm
C	切削長さ	60	120	180	mm/min
D	切込み量	0.125	0.5	1	mm
E	心高	0	25	50	μm
F	油量	少	中	多	-

表4 L₁₈直交表

	A	B	C	D	E	F
実験 No.	送り方向	主軸回転数	1分間の切削長さ	切込み量	心高	油量
	-	rpm	mm/min	mm	μm	-
1	順	1000	60	0.125	0	少
2	順	1000	120	0.5	25	中
3	順	1000	180	1	50	多
4	順	2000	60	0.125	25	中
5	順	2000	120	0.5	50	多
6	順	2000	180	1	0	少
7	順	3000	60	0.5	0	多
8	順	3000	120	1	25	少
9	順	3000	180	0.125	50	中
10	逆	1000	60	1	50	中
11	逆	1000	120	0.125	0	多
12	逆	1000	180	0.5	25	少
13	逆	2000	60	0.5	50	少
14	逆	2000	120	1	0	中
15	逆	2000	180	0.125	25	多
16	逆	3000	60	1	25	多
17	逆	3000	120	0.125	50	少
18	逆	3000	180	0.5	0	中

試験片形状は図1と同じとし、加工面を丸棒のまま測定した。加工条件は後述する硬さが最も高くなる条件 304AM31 で加工したものと、硬さが最も低くなる条件 304AM33 で加工したものの2種類とした。

測定には X 線回折装置（ブルカー・ジャパン（株）製 D8 ADVANCE）を用いた。特性 X 線には Cu-K α を用い、40kV、40mA で測定した。結晶子サイズは、装置付属のデータ解析用ソフトウェア DIFFRAC.EVA を用いて Scherrer の式(1)より求めた。

$$D = K\lambda / B\cos\theta \quad (1)$$

ここで、D:結晶子サイズ(nm)、K:Scherrer 定数、 λ : X 線の波長(nm)、B:回折線幅の広がり(rad)、 θ :ブラッグ角(rad)とする。回折線幅の広がりを積分幅とした時、Scherrer 定数 K は 1 とされている¹⁷⁾。また、X 線の波長 $\lambda=0.154$ nm とした。B は、測定試料の回折パターンから計算された積分幅を B_M 、標準試料 Al_2O_3 の回折パターンから計算された積分幅を B_s とした時に式(2)から求めた値を用いた。

$$B = B_M - B_s \quad (2)$$

3. 結果および考察

3.1 本実験

表面変質層の硬さの感度についての分散分析表および要因効果図をそれぞれ表5、図6に示す。特に寄与度が高い因子は主軸回転数、切削長さおよび油量であった。主軸回転数と切削長さについては、「主軸回転数が低く、切削長さが長い」=「送りが速い」ほど感度が高くなると推定された。上記解析結果を基に、硬さが最も高くなる加工条件と最も低くなる加工条件の組み合わせを推定した。その結果を表6に示し、さらにその条件で加工した試験片(304AM31, 304AM33)の硬さ試験の結果を図7に示す。硬さが最も高くなる条件 304AM31[●]の場合、機械加工面から深さ 25 μ m の位置における硬さの値は 308HV であり、元の硬さに比べ約 70%上昇した。一方、硬さが最も低くなる条件 304AM33[□]の場合、供試材の元の硬さのままであり、硬さの上昇はなかった。

次に、直交実験における制御因子および3水準を任意に組み合わせて試験片を作製し、それらに生じた表面変質層の硬さの実測値と、解析結果から求めた硬さの推定値を比較した。実測値(横軸)に対して推定値(縦軸)をプロットした結果を図8に示す。

全体的に推定値は実測値よりも高い値を示す場合が多いものの、いずれの試験片においても実測値に対して土約 10%の範囲に分布しており、高い精度で表面変質層の硬さを予測することが可能であることが明らかとなった。これは、加工条件を適切に選択すれば、要求された硬さの表面変質層を意図的に作製できることを示唆しており、本研究で検討している表面変質層を利用した高強度化技術の実用化の可能性をより高める結果が得られた。

予備実験の場合と同様に、走査型電子顕微鏡を用いて金属組織の観察を行った。図9に 304AM31 と 304AM33 の旋削加工面近傍の反射電子像を示す。硬さの上昇がみられた 304AM31 においては結晶粒が大きく変形しており、著しい塑性変形が生じた様相を呈していた。また、今回の観察だけでは判断が難しいが、加工部直下の結晶は Grain-Subdivision¹⁸⁾によって微細粒化している可能性が高いと考えられる。一方、硬さの上昇がみられなかった 304AM33 においては結晶の変形量はわずかであり、微細粒化領域と思われる部分が極表層に見られた。以上のことから、30AM31 に見られた硬さの上昇は旋削時に生じた塑性変形に伴う材料の加工硬化が要因であると考えられる。また、SUS304 は強加工によってマルテンサイト変態が誘起される特性を持つことから、硬さの上昇は単純な転位密度の増加だけでなく、加工誘起マルテンサイト相(α' 相)が一端を担っている可能性もあり、耐食性の劣化が懸念される。

表5 分散分析表

要因	平方和S _{db} ²	自由度f	分散V _{db} ²	寄与率
A送り方向	0.090	1	0.090	プール
B主軸回転数	6.944	2	3.472	23.6%
C切削長さ	7.182	2	3.591	24.5%
D切込み量	2.229	2	1.114	6.1%
E心高	1.145	2	0.573	2.1%
F油量	7.392	2	3.696	25.3%
誤差 e	0.186	2	0.093	
プール誤差(e)	(2.056)	(7)	(.294)	18.5%
T	26.948	17		100.0%

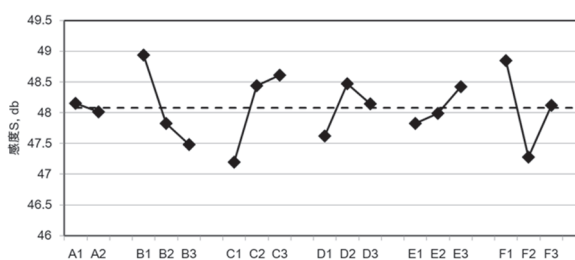


図6 要因効果図

表 6 加工条件

制御因子	硬さ		単位
	最大 304AM31 ●	最小 304AM33 □	
A	送り方向 順	順	-
B	主軸回転数	1000 / 3000	rpm
C	切削長さ	180 / 60	mm/min
D	切込み量	0.5 / 0.125	mm
E	心高	50 / 0	μm
F	油量	少 / 中	-

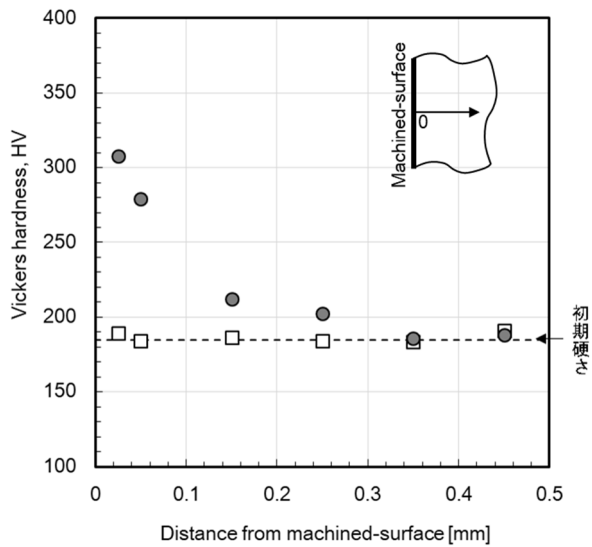


図 7 本実験における試験片の硬さ分布

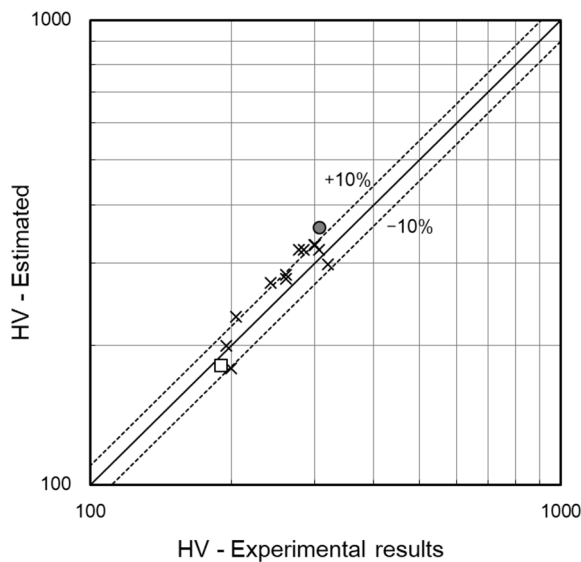


図 8 表面変質層の硬さの実測値と推定値の比較

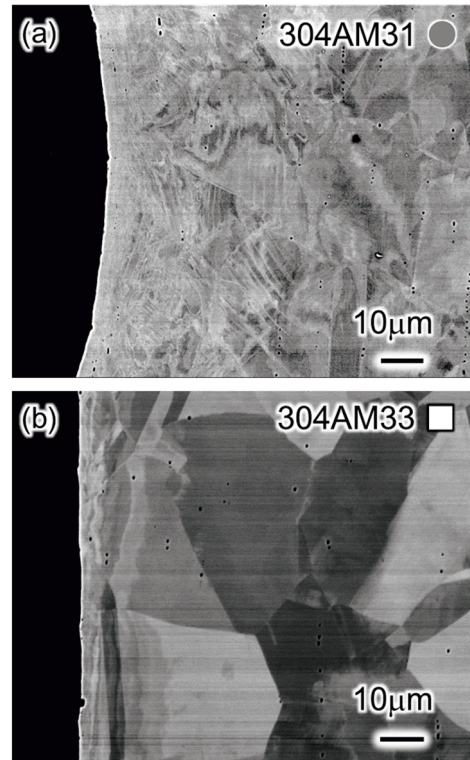


図 9 本実験における旋削加工面近傍の反射電子像 (表面付近に変質層が観察される)

3.2 X線回折による表面変質層の評価

未加工材 A-1, 加工後の試験片 304AM31 および 304AM33 の X 線回折パターンを図 10 に示す. 全ての試験片で測定範囲 $2\theta = 40 \sim 100^\circ$ に 5 本のオーステナイト (γ) 相に由来するピークが確認された. 未加工の A-1 に比べ, 加工後 (304AM31 および 304AM33) にはピークの広がりおよび強度の低下が見られ, それらの変化は 304AM31 の方が顕著であった. また, 全ての試験片において α' 相に由来するピークは現れなかった. ここで, 硬さの上昇量が最も大きかった 304AM31 においても α' 相のピークが現れなかったことは特筆すべき点であり, 硬さの上昇の要因は α' 相の出現ではなく, 旋削時に生じた塑性変形に伴う転位密度の増加であることが示唆された.

次に, X 線回折パターンから見積もられる表面変質層の結晶子サイズと硬さの値の関係について考察した結果を述べる. Scherrer の式(1)から求められる結晶子サイズは, 相当する回折パターンの格子面に垂直な方向に対する結晶の広がりを現しており, 回折パターンが広がるほど結晶子が微細化していることを意味する. 結晶子の微細化には転位密度の増加が関係しており, 硬さの値に相関があると考えた.

表 7 に式(1), (2)から求めた結晶子サイズを示す。結晶子サイズは、未加工の A-1 が最も大きく、次いで 304AM33, 304AM31 と小さくなった。図 7 に示したとおり、304AM31, 304AM33 の硬さの差は約 130HV と大きいため、結晶子サイズにも顕著な差が現れると予想していたが、その差はわずかであった。

金属の X 線回折の場合、X 線の侵入深さは試料表面から数 μm 程度とされているため¹⁹⁾、回折パターンから得られた結晶子サイズは極表面の状態を表している。図 9(b)によると、304AM33 の加工面直下には微細粒化領域が存在することから、今回示した結晶子サイズはその領域の結果を反映しているものと考えられる。一方、硬さ試験機で測定した硬さの差は、加工面から深さ 25 μm の位置における測定結果から述べている。つまり、304AM31, 304AM33 の硬さの差が結晶子サイズに現れなかった理由として、X 線回折と硬さの測定対象領域が異なることが示唆された。

従って、304AM33 の極表層には 304AM31 と同様に結晶子が微細化し、高硬度化した領域が存在するため、次年度以降に実施する予定の疲労試験および耐食性試験の結果を考察する際には、その影響に注意を払う必要がある。

4. おわりに

- (1) 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た。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。
- (2) 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。また、本報で検討した加工条件のうち、硬さが最も高くなる条件においても α' 相は確認されず、耐食性に悪影響をおよぼさずに強度を向上させることを目指している本取組に対してポジティブな結果を示した。

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、研磨装置は公益財団法人 JKA 補助金、X 線回折装置は文部科学省放射線利用・原子力基盤技術試験研究推進交付金により導入したものである。

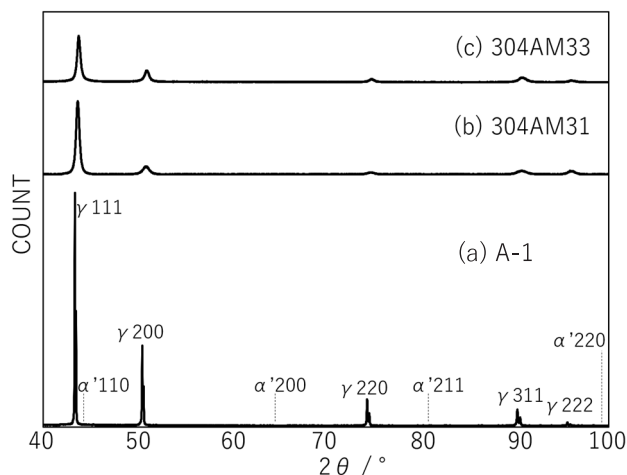


図 10 X 線回折パターン
(a)A-1, (b)304AM31, (c)304AM33

表 7 結晶子サイズ

(h k l)	結晶子サイズ(nm)		
	A-1	304AM31	304AM33
(1 1 1)	234.8	17.5	17.5
(2 0 0)	163.0	10.7	15.1
(2 2 0)	121.7	10.1	15.4
(3 1 1)	99.2	9.6	11.4
(2 2 2)	127.3	12.7	14.9

参考文献

- 1) K. Kawamura, S. Sakamoto, R. Iwamoto, S. Integrity, 61 (2017) 488–493.
- 2) S. SAKAMOTO, K. TAKAHASHI, K. KAWAMURA, Proc. Mech. Eng. Congr. Japan 2016 (2016) S1310207.
- 3) K. Kawamura, 博士論文 エンドミルの微小切込み切削によるステンレス鋼の表面改質に関する研究, 2017.
- 4) K. Kawamura, 精密工学会学術講演会講演論文集 (2014) 569–570.
- 5) T. KITAMOTO, J. MASAKI, T. SAKURAI, J. Soc. Mater. Sci. Japan 18 (1969) 285–290.
- 6) E. TAKEUCHI, S. MATSUOKA, S. NISHIJIMA, M. KIMURA, Trans. Japan Soc. Mech. Eng. Ser. A 51 (1985) 967–974.
- 7) 日本材料学会, 疲労設計便覧, 養賢堂, 1995.
- 8) 日本材料学会, 初心者のための疲労設計法, 疲労部門委員会, 2007.

- 9) 日本機械学会, 金属材料 疲労強度の設計資料 改訂第2版, 丸善, 1982.
- 10) S. Furukane, S. Torizuka, *Tetsu-to-Hagane* 105 (2019) 827–836.
- 11) K. NOHARA, Y. ONO, N. OHASHI, *Tetsu-to-Hagane* 63 (1977) 772–782.
- 12) V. Shrinivas, S.K. Varma, L.E. Murr, *Metall. Mater. Trans. A* 26 (1995) 661–671.
- 13) H. UCHIDA, K. YAMAMOTO, K. KOTERAZAWA, I. YAMADA, H. KAWABE, *J. Soc. Mater. Sci. Japan* 30 (1981) 988–994.
- 14) S. Sunada, H. Maesato, Y. Yokoi, H. Notoya, S. Sanuki, K. Arai, *J. Japan Inst. Met.* 54 (1990) 1078–1086.
- 15) K. Yoshida, Y. Sechi, K. Hamaishi, 鹿児島県工業技術センター研究報告 15 (2001) 39–42.
- 16) 日本産業標準調査会, JIS Z 9061:2016, 新技術及び新製品開発プロセスのための統計的方法の応用—ロバストパラメータ設計 (RPD), 2016.
- 17) 井田, 隆, *セラミックス* 43 (2008) 917–921.
- 18) N. Tsuji, *Tetsu-To-Hagane/Journal Iron Steel Inst. Japan* 94 (2008) 582–589.
- 19) B.D. (Bernard D. d. 1978 Cullity, 松村源太郎, X線回折要論, 新版, アグネ, 1980.