

# SUS316 の疲労特性に及ぼす硬化層および残留応力の影響

加賀谷忠治（中部大学）

立松英大（立松モールド工業）

オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 は耐食性に優れているが、材質的に軟らかいため疲労や摩耗に対しては大きな弱点である。したがって、耐食性を維持したまま耐疲労性、耐摩耗性などを付与することが重要な課題である。本研究では、SUS316 の疲労特性について、低温ガス浸炭処理による硬化層の形成とその特性および微粒子衝突処理による表面硬さの向上、残留応力付与などの観点から検討した。その結果、(1)低温ガス浸炭処理により、SUS316 の表面には多量の炭素を固溶した高硬さの硬化層が形成された。(2)未処理材および低温ガス浸炭処理材は、高応力側では疲労破断の直前に 700℃以上の高温に達し、瞬時に破断した。(3)低温ガス浸炭処理材の硬化層の高硬さと圧縮残留応力の生成により、疲労限度は未処理材より約 22%向上し、疲労寿命も大きく延伸した。(4)疲労特性に及ぼす FPB 処理による硬さや残留応力の寄与は試験片が発熱・軟化するためほとんど認められなかった。ことなどを明らかにした。

## 1. はじめに

オーステナイト系ステンレス鋼は耐食性に優れているため、化学プラント、原子力施設など腐食環境下での構造部材として使用されているが、低硬度に起因して疲労や摩耗には弱いことから、これらの特性の付与に対する要求が強くなっている。鉄鋼材料の耐疲労性・耐摩耗性向上には、浸炭や窒化などの表面硬化処理が有効であるが、通常浸炭・窒化処理では 900℃または 570℃程度の高温で処理することから、オーステナイト系ステンレス鋼では Cr 炭化物の粒界への析出を生じ、あるいは Cr 窒化物を形成して Cr が減少するため、耐食性の低下が問題となる。したがって、耐食性を損なうことなく、表面を硬化して耐疲労性および耐摩耗性の向上を図ることが最も重要な技術課題である。

近年、420℃の低温で窒素拡散層(S 相)を形成させる廃メラミン固体窒化処理法<sup>1)</sup>が開発され、またガス浸炭では 500℃以下の低温で表面に炭素を拡散固溶させる技術<sup>2)</sup>が実用化されている。

一方、微粒子衝突(FPB)処理<sup>3)</sup>は、硬質微粒子の高速衝突によりワークの表面に微細なくぼみを形成し、表面近傍に集中的に高い塑性ひずみを導入して、加工硬化、加工誘起変態、結晶粒の微細化などを生じさせ、また高い圧縮残留応力を付与することができる利便性の高い表面創製技術である。

そこで本研究では、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 を対象に、疲労特性に及ぼす低温ガス浸炭表面硬化処理および FPB 処理による硬さや圧縮残留応力の影響について検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

供試材は、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 丸棒φ13mm である。その化学成分を表 1 に示した。これを図 1 に示した疲労試験片の形状寸法に機械加工し、長さ 15mm の平行部の表面をエメリー紙で#150~#2000 まで順次磨いて所定の寸法に仕上げた(以降、未処理材または UN 材と称す)。

表 1 SUS316 の化学成分 (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
0.04	0.20	1.30	0.37	0.27	10.0	16.9	2.00

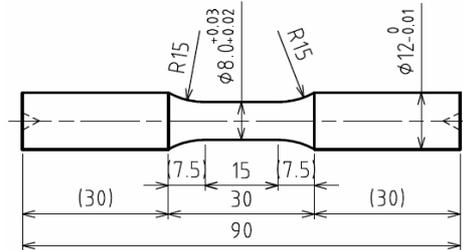


図 1 疲労試験片の形状寸法(mm)

## 2.2 低温ガス浸炭処理

図 2 には低温ガス浸炭条件を示した。窒素(N<sub>2</sub>)ガス雰囲気中で 300°Cに加熱し、フッ素系ガスを用いて 1hr 表面活性化を行った後、500°Cに升温し 10~50%CO・H<sub>2</sub> を供給して、18h 浸炭を施し、空冷した(以降、低温ガス浸炭処理材または TGS 材と称す)。

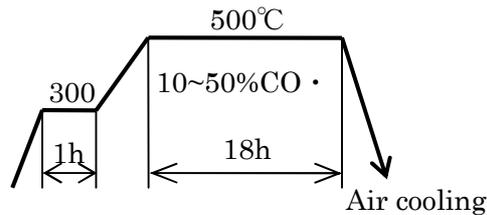


図 2 低温ガス浸炭熱処理パターン

## 2.3 微粒子衝突 (FPB) 処理

低温ガス浸炭処理材(TGS 材)には表 2 に示す条件で FPB 処理を 2 段に施した(以降、TGS+FPB 材と称す)。1 段目は#300 の高速度鋼微粒子、2 段目には表面粗さの抑制と残留応力の最大値を表面近傍に寄せるために#400 の細かいセラミックスを用いた。そして噴射圧力は高めにし、カバレッジは 500%とした。

表 2 FPB 処理条件

被処理材	TGS 材	
	1 段	2 段
噴射方式	重力式	
微粒子	ハイス	セラミックス
メッシュ (#)	300	400
噴射圧力 (MPa)	0.5	
噴射時間 (rpm·s)	10-30	

## 2.4 組織観察および硬さ測定

試験片の断面組織観察には、試験片平行部を湿式切断機で切り出し、専用の埋め込み治具とホルダーを用いて、横断面をエメリー紙#1500 およびバフまで自動研磨機により仕上げた後、エッチングを施して組織を出現させた。硬さはバフ仕上げ面の表面から内部方向に対して、顕微鏡用超微小硬度計(MHT-4, アントンパール製)を用いて測定した。なお、測定荷重は0.098Nである。

## 2.5 残留応力測定

残留応力測定は、微小部 X 線応力測定装置(PSPC/MSF システム, リガク製)を用いて軸方向に行った。測定条件を表 3 に示す。

表 3 残留応力測定条件

X 線管球	Cr
管電流 (mA)	20
管電圧 (kV)	30
コリメータ径 (mm)	1
被測定材質および回折面	$\gamma$ -Fe(220)
回折角度 (deg)	128.4
応力定数 (MPa/deg)	-633
走査法	並傾法
入射角度 (deg)	5, 18, 27, 33, 39, 45

## 2.6 疲労試験機

疲労試験は小野式回転曲げ疲労試験機(98N・m, 1800rpm)を用い室温大気中で行った。繰返し数は  $10^7$  回で打ち切りとした。疲労破断直前の試験片の発熱温度はサーモクレヨン M(日油技研工業製)を用いて測定した。疲労破面の破壊起点の観察には走査型電子顕微鏡(JSM-5400, 日本電子製)を用いた。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 断面組織および炭素分布

図 3 には UT 材および TGS 材の断面組織写真を示した。(a)の UT 材は軟らかいため、その表面近傍には旋削加工による塑性変形層が見られる。(b)は TGS 材であり、表面の変形層は消失し、表面から約  $30\mu\text{m}$  の深さにわたって炭素を固溶した一様な硬化層が形成され、未処理材と同等の耐食性が維持される<sup>2)</sup>。

図 4 は、TGS 材における炭素の表面から深さ方向のグロー放電分光分析結果を示したものである。表面炭素濃度は約 2.5mass%で、炭素の固溶度が著しく高い拡散型のプロファイルを呈している。

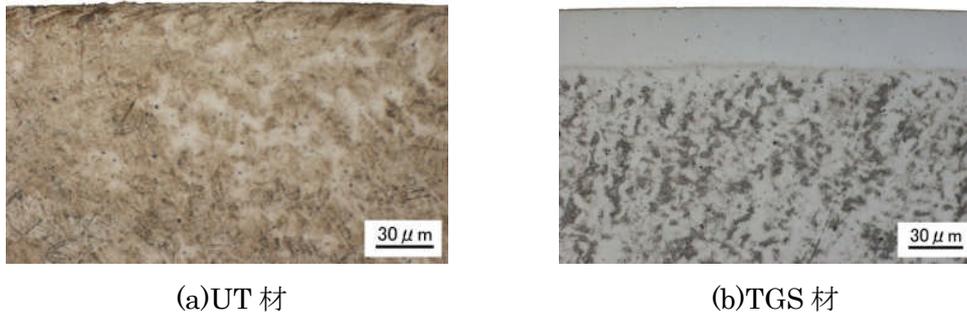


図3 断面組織

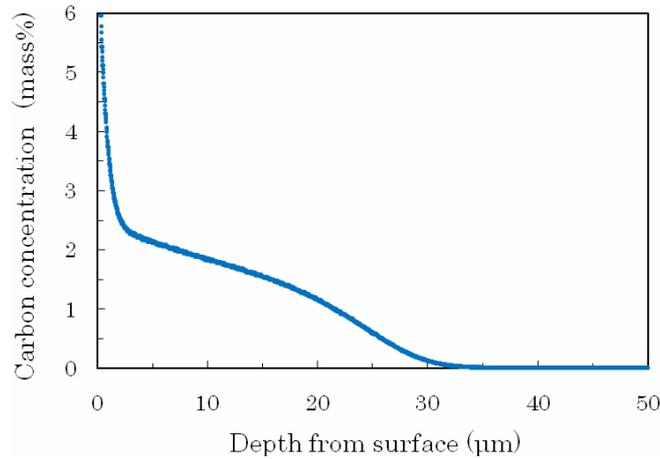


図4 TGS材の炭素濃度分布

### 3.2 硬さ分布

図5には、各処理材の断面硬さ分布を、未処理材のものと合わせて示した。図から明らかなように、UT材(◇)の芯部硬さは約270HVであるが、表面近傍では90HVほどの上昇が認められる。これに低温ガス浸炭処理したTGS材(□)の場合は、910HVと著しく高いが、硬さは内部に向かって低下し、分布状態は炭素濃度分布を反映したものと推察される。さらに、このTGS材に微粒子衝突処理したTGS+FPB材(△)の場合には1030HVとなり、最も高い値を示した。したがって、これらの硬さはUT材に比較していずれも3倍以上、またFPB処理により1.13倍上昇し、組織、硬さから高品質な硬化層であることが分かる。

### 3.3 残留応力分布

図6は、残留応力分布を示したものである。TGS材の表面には730MPaと高い残留応力が生じ、その分布状態は硬化層の内部に向かって減少している。これは炭素の固溶に起因した体積膨張によるものと考えられる。そして、これにFPB処理を施した場合には表面は1200MPaとなり、910HVのかなり硬い表面がFPB処理によりさらに塑性変形を起こしたために、TGS材に比較して約1.6倍の大きな圧縮残留応力が付与されたものと推察される。

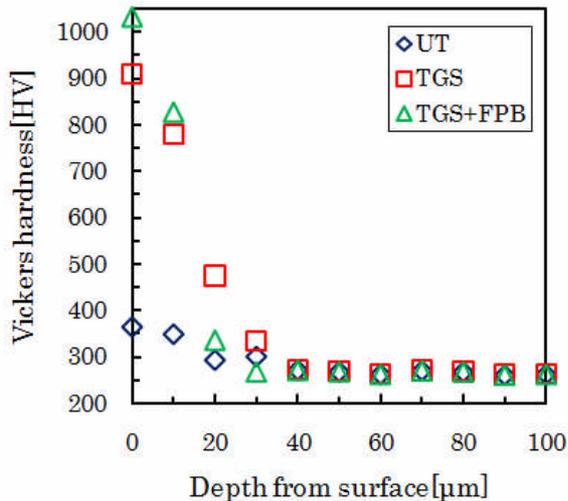


図 5 未処理材および各処理材の硬さ分布

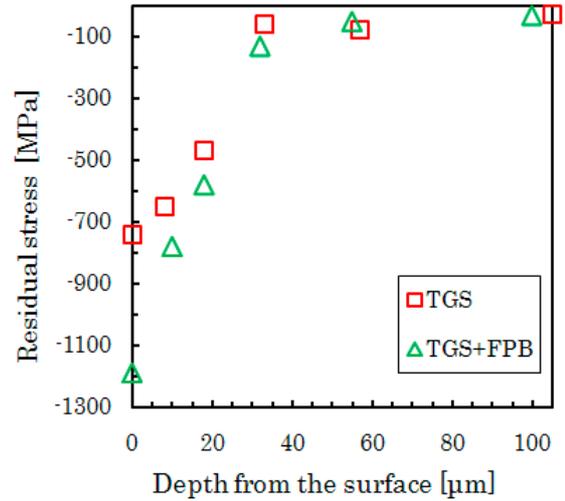


図 6 残留応力分布

### 3.4 S-N 曲線

図 7 には、UT 材、TGS 材および TGS+FPB 材の S-N 曲線を示した。TGS 材および TGS+FPB 材の高応力側では試験中に試験片が発熱し瞬時に破断する現象が見られた。図において、UT 材の S-N 曲線には繰返し数  $10^6$  回付近から水平部が現れ、 $10^7$  回では 460MPa の疲労限度を呈した。これに対して TGS 材の場合は  $10^5$  回付近から水平部が現れ、 $10^7$  回での疲労限度は 560MPa を示し、UT 材のそれと比較して約 22%向上し、疲労寿命も大きく延伸している。これは主として表面の高硬度硬化層がき裂の発生を抑制したためと考えられる。しかし、負荷応力が高く表面のひずみが大きいほど、炭素鋼に比べて熱伝導率が 1/3 程度と低い SUS316 では、発熱・昇温速度が大きくなるため、TGS 材の破断寿命は硬化層の軟化によるき裂発生限界に支配されて短くなり、この場合、圧縮残留応力の寄与はかなり少ないものと考えられる。したがって、TGS+FPB 材の S-N 曲線が TGS 材のそれに重なり、FPB 処理の影響が見られないのもこのためである。

図 8 は、UT 材の疲労試験中における試験片の発熱の様相を示したものである。図示のように破断の直前に平行部中央が発熱し、サーモクロンで測定された表面温度は  $700^{\circ}\text{C}$  以上であり、極めての高温度であることがわかった。

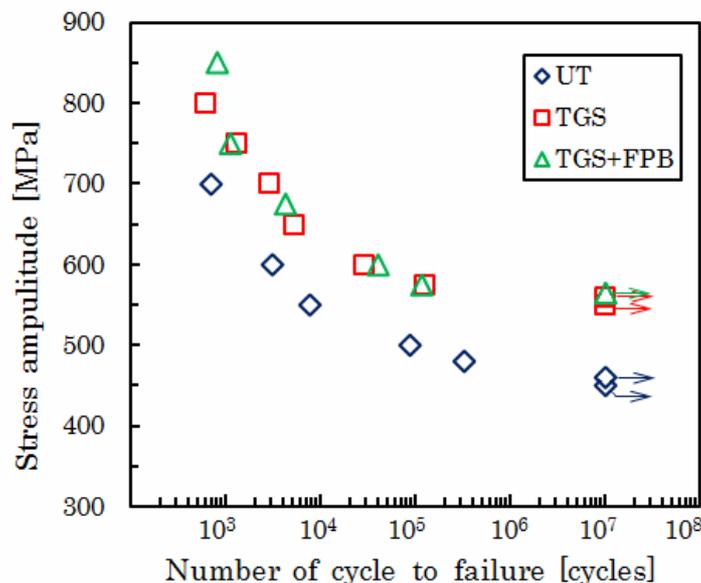


図 8 S-N 曲線

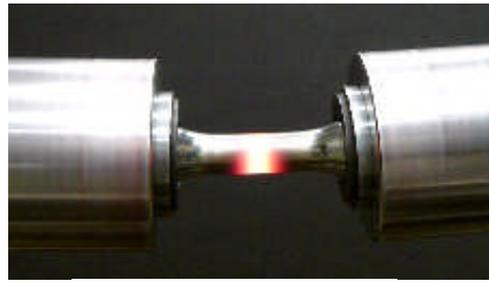


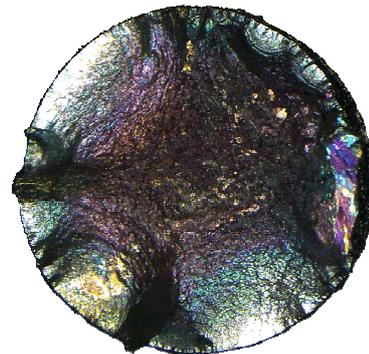
図9 UT材の発熱の様相  
 $(\sigma=700\text{MPa}, N_f=700)$

### 3.5 疲労破面観察

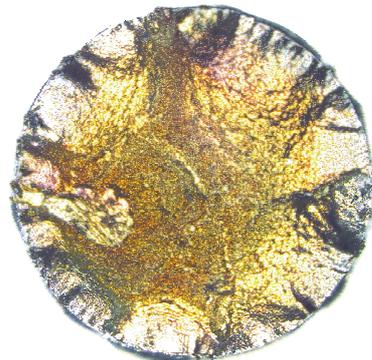
図9は、未処理材および各処理材の疲労破面の様相を示したものである。(a)のUT材は疲労限度付近の応力で破面写真上方部の1箇所を起点とした破断した典型的な破面である。(b)UT材, (c)TGS材および(d)TGS+FPB材は、負荷応力がともに600MPaにおける破面で、表面からの多数のき裂による段差が連なった破断を生じ、破面は発熱の影響により変色している。破断時の温度は(b)よりも(c), (d)において高い傾向が見られた。



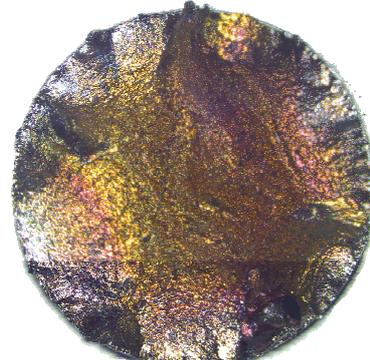
(a)UT材  
 $(\sigma=480\text{MPa}, N_f=3.25 \times 10^5)$



(b)UT材  
 $(\sigma=600\text{MPa}, N_f=3.10 \times 10^3)$



(c)TGS材  
 $(\sigma=600\text{MPa}, N_f=2.87 \times 10^4)$



(d)TGS+FPB材  
 $(\sigma=600\text{MPa}, N_f=3.98 \times 10^4)$

図9 未処理材および各処理材の疲労破面

#### 4. おわりに

本研究では、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316 の疲労特性に及ぼす低温ガス浸炭処理および FPB 処理による硬化層とその硬さや圧縮残留応力の影響について検討した。得られた結果を要約すれば、以下ようになる。

- (1)低温ガス浸炭処理により、SUS316 の表面には高濃度の炭素を固溶した硬化層が形成された。
- (2)硬化層の硬さは未処理材のその 3.4 倍高くなり、さらに FPB 処理により 3.8 倍と著しく増加した。
- (3)未処理材および低温ガス浸炭処理材は、高応力側では疲労破断の直前に 700℃以上の高温に達し瞬時に破断した。
- (4)低温ガス浸炭処理を施すことにより、疲労限度は約 22%向上し、疲労寿命も大きく延伸した。
- (5)疲労特性に及ぼす FPB 処理による硬さや残留応力の効果は疲労試験中に試験片が発熱・軟化するためほとんど認められなかった。

#### 参考文献

- 1) 佐越一将・加賀谷忠治・ほか 3 名：第 61 回日本熱処理技術協会講演大会講演概要集，(2005)，7-8.
- 2) 青木寛治：熱処理，45-5(2005)，303-310.
- 3) 加賀谷忠治：精密工学会誌，72-9(2006)，1067-1070.