

鉄鋼材料の窒化特性に関する研究

棚原 靖、白澤孝行¹、眞喜志隆²

沖縄県は高温多湿の腐食環境であるため、機械金属部品等にステンレス鋼が用いられることが多い。特に使用頻度の高いオーステナイト系ステンレス鋼は耐食性に富む反面、軟質金属特有のひっかきキズなどの損傷が生じやすく、有効な表面効果法が望まれている。この問題の解決策の一つに窒化処理法があるが、通常窒化処理した場合、高い表面硬度が得られるが、合金中のクロム濃度が低下するため耐食性が低下する問題があった。そこで、本研究では通常の処理温度より100℃程度低い低温窒化したステンレス鋼の耐食疲労特性について検討し、低温窒化法の有効性を確認した。

1 はじめに

沖縄県は高温多湿の腐食環境であるため、機械金属部品等にステンレス鋼が用いられることが多い。特にオーステナイト系ステンレス鋼はクロムとニッケルを多量に含む合金で高い耐食性を示し、広く利用されている。しかしながら基本的に軟質金属であるため引っかけなどのキズや損傷が生じやすく、表面硬化法の適用が望まれている。ところで表面改質法のひとつである窒化処理は、鉄鋼材料に広く利用されている表面硬化法で、材料表面より窒素を拡散浸透させ、窒化層を生成し硬化させることである。一般にステンレス鋼を窒化処理した場合、合金元素のクロムと窒素が結びつき、クロム窒化物を形成するため、高い硬化を得ることができる。しかしながら、合金中のクロム濃度が低下するため耐食性が低下する問題があった¹⁾。これに対して最近、350～400℃程度の通常よりも低い処理温度で窒化した場合、耐食性の低下しない硬化層が得られることが報告されている²⁾が、低温窒化後の機械的性質についてはまだ不明な点が多い。そこで本研究では、低温窒化したステンレス鋼の耐食疲労特性について検討し、有効な低温窒化処理条件について検討した。

2 実験方法

2-1 供試材料

本研究では市販のオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304の丸棒を用いた。その化学成分を表1に示す。また図1にその試験片形状を示す。疲労破壊の亀裂を中央部に発生させるために中央部をR90で機械加工した。また、試験片中央部は機械加工後、エメリー紙の1500番まで仕上げて試験に用いた。

表1 SUS304の化学成分 (Wt%)

| C | S | Si | Ni | Mn | Cr | P |
|------|-------|------|------|------|-------|-------|
| 0.04 | 0.026 | 0.31 | 8.79 | 1.78 | 18.42 | 0.031 |

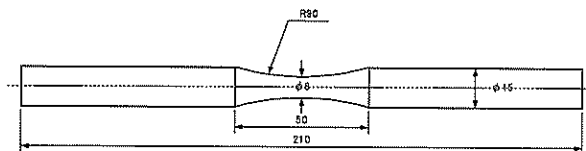


図1 試験片形状

2-2 窒化処理

オーステナイト系ステンレス鋼の表面は化学的に安定な酸化皮膜（不導体皮膜）が形成されているため、窒化処理を施すには、不導体皮膜の除去が必要不可欠である。オーステナイト系ステンレス鋼の窒化処理に関しては表面粗さや表面の組織調整によるガス窒化法の研究等も行われているが³⁾、本研究では、スパッタリング効果による不導体皮膜の除去に有効なプラズマ窒化法を利用した。

プラズマ窒化法はガス比を広く変化させることができ、また処理時間を短縮できる特徴がある。図2に装置の概略図を示す。

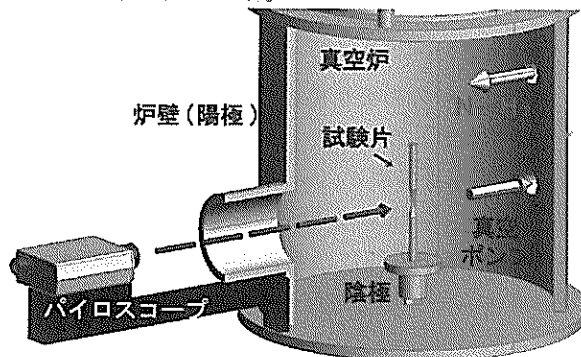


図2 窒化処理装置概略図

1 琉球大学工学部機械システム工学科

2 琉球大学工学部

窒化処理条件については、大まかな傾向を把握するため表2に示す条件で行った。

表2 窒化処理条件

| | | | |
|--------------------------------------|-----|-----|-----|
| 窒化温度(°C) | 400 | 450 | 550 |
| 処理時間(hr) | 3 | 8 | 100 |
| ガス圧(Pa) | | 800 | |
| ガス比(N ₂ :H ₂) | | 1:1 | |

2-3 断面観察および硬さ試験

各窒化条件下における窒化層の断面組織観察と表面からの硬さ分布を調べるためマイクロピッカース硬度計による硬さ測定を行った。

2-4 疲労試験

疲労試験には小野式回転曲げ疲労試験機を用いた。図3にその概略図を示す。試験機の回転速度は3,600rpmで曲げ応力は必要に応じて変化させた。また、腐食環境中での疲労試験には、試験片中央部に濃度3%の食塩水を流量約10cc/minで滴下して疲労試験を行った。疲労試験後の試験片について腐食による疲労強度の変化について検討した。

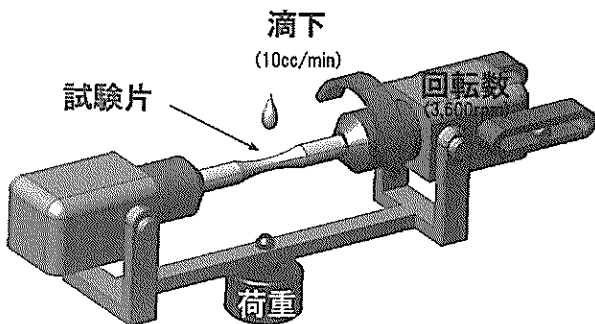
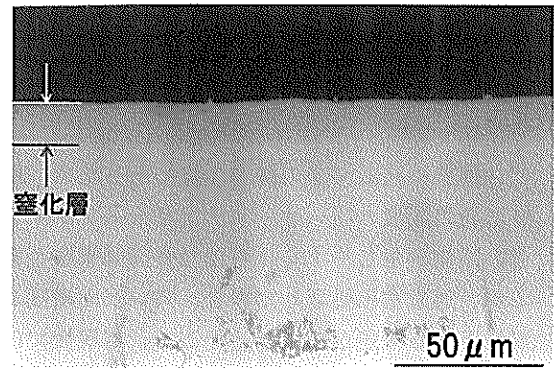
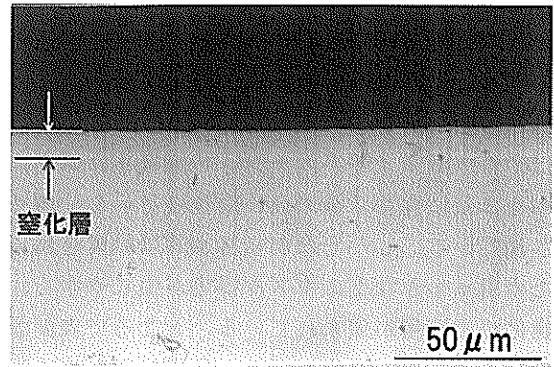


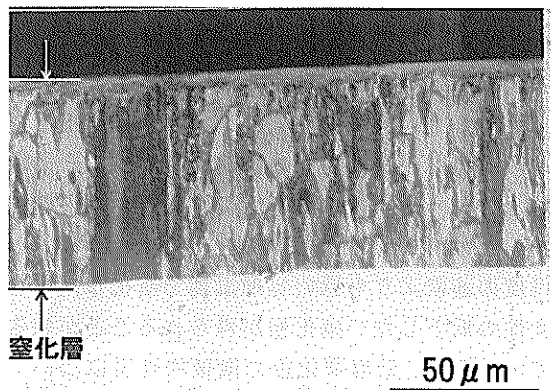
図3 小野式回転曲げ試験機概略図



(a) 400°C-100hr



(b) 450°C-8hr



(c) 550°C-3hr

図4 各条件下における窒化層の断面組織写真

3 実験結果

3-1 窒化層の断面組織観察

窒化処理を施したオーステナイト系ステンレス鋼SUS304の断面写真を図4に示す。(a)は400°C-100hr (b)は450°C-8hr (c)は550°C-3hrである。図より(a)および(b)では写真上層部には腐食されにくい層で(Fe, N)4N相とγ(オーステナイト)相の混合層である薄い灰色の窒化層が観察される。これに対し、(c)ではCrN相とγ'(Fe₄N)とγ(オーステナイト)相の混合層からなる黒くエッチングされた窒化層が観察される。

3-2 断面硬さ試験

図5に各処理条件で窒化したSUS304の断面硬さ分布を示す。表面硬さは処理条件の550°C-3hrで約HV1150となり450°C-8hrで約HV1150、400°C-100hrで約HV1100となった。処理条件550°Cと450°Cでは硬さが急激に減少し約HV210と母材の硬さに達しているが400°Cでは、処理時間が長いこと滑らかな硬さ分布となっている。また、母材の硬さも焼き戻し効果により、約HV170と約20%程度低下している。

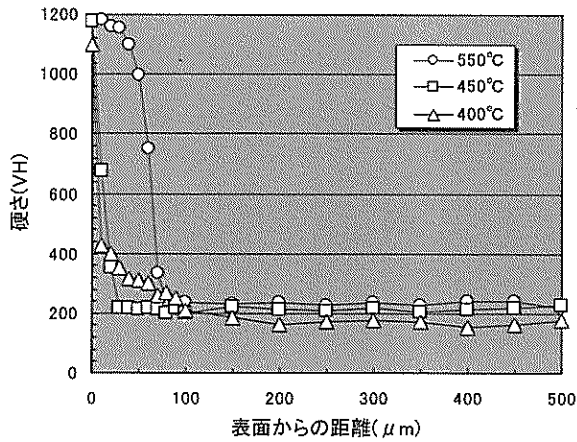


図5 断面硬さ分布図

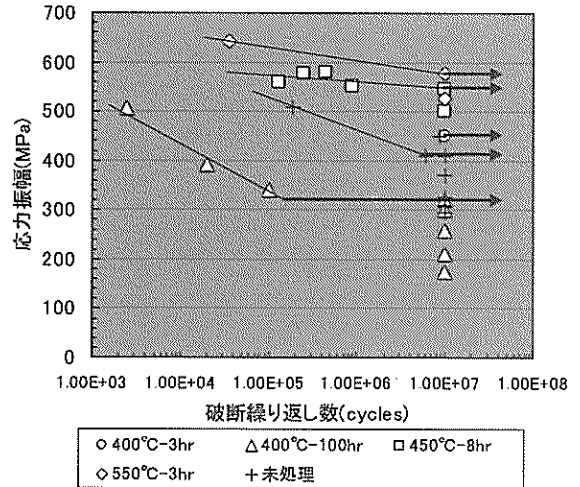
3-3 疲労試験結果

図6に疲労試験結果のS-N曲線を示す。(a)は大気中、(b)は腐食環境中の結果である。なお、本研究では応力繰り返し数 10^7 回を疲労限として疲労強度を評価した。

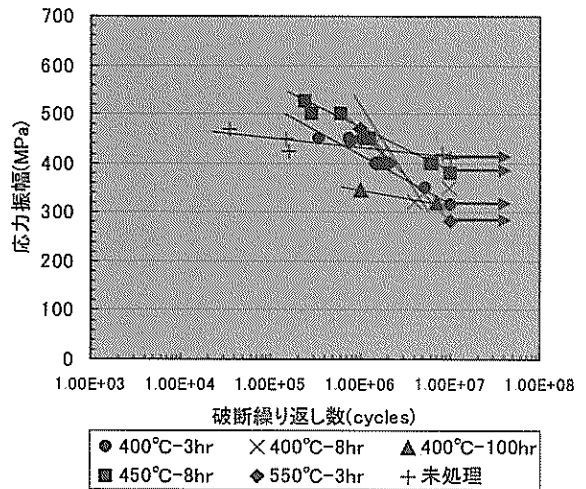
未処理材の疲労強度は大気中と腐食環境中では変化無く、ともに410MPaであった。次に、窒化処理材について大気中の疲労強度を比較すると、550°C-3hr処理材および450°C-8hr処理材では未処理材に比べ、疲労強度がそれぞれ575MPaおよび545MPaと大きく増加した。また、400°C-3hr処理材についても450MPaと未処理材よりも疲労強度は増加した。これに対して、400°C-100hr処理材では逆に320MPaと未処理材より低下しているが、これは3-2で述べたように焼き戻し効果による母材硬さの低下が影響している。続いて、腐食環境中における疲労強度を比較すると、550°C-3hr処理材では280MPaと大気中の575MPaに比べ著しく低下した。450°C-8hr処理材については、本実験条件の中で一番疲労強度が高く380MPaであった。また、400°C-3hr処理材および400°C-100hr処理材では疲労強度はそれぞれ320MPaおよび321MPaとなっており処理時間による差は見られなかった。今回の実験ではいずれの窒化処理条件においても未処理材の410MPaと比べると疲労強度は低下しているが、処理温度で比較すると、通常の窒化温度では極端に疲労強度が低下したが、50~100°C低い温度で窒化した場合には疲労強度の低下は抑制された結果となった。

4 まとめ

処理温度および処理時間を変化させてプラズマ窒化したステンレス鋼の腐食疲労特性を検討した結果、腐食環境中における窒化処理材の疲労強度は通常の



(a) 大気中のS-N曲線



(b) 腐食環境中のS-N曲線

図6 疲労試験結果

窒化処理条件である550°C-3hr処理材において大気中と比較して著しく疲労強度が低下したのに対し、処理温度が50~100°C低い処理材については疲労強度の低下が抑制されることが確認できた。

参考文献

- 1) 鍋島宏司、石井玄、土井敏照 ステンレス鋼の窒化処理とその耐食性に及ぼす影響について(第1報) 千葉県機械金属試験場研究報告 25 p36 (1995)
- 2) Y. Sum, T. Bell, J. Flis The Response of Austenitic Stainless Steels to Low-temperature Plasma Nitriding, HEAT TREATMENT OF METALS (1999) 1 pp. 9-16
- 3) 浜石和人、肥後さより、清藤純一、末吉秀一、中村祐三、塩水孝幸、門松繁 オーステナイト系ステンレス鋼表面のガス窒化処理による硬化技術 鹿児島県工業技術センター研究報告 10 p21 (1996)

編 集 沖縄県工業技術センター

発 行 沖縄県工業技術センター

〒904-2234 沖縄県うるま市字州崎 12 番 2

T E L (098)929-0111

F A X (098)929-0115

U R L <https://www.pref.okinawa.lg.jp/site/shoko/kogyo/>

著作物の一部および全部を転載・翻訳される場合は、当センターにご連絡ください。