

固相窒素吸収法を用いた高窒素ステンレス鋼の試作 およびトライボロジー特性評価

山崎 崇広*

Yamazaki Takahiro

現在、広く使用されているオーステナイト系ステンレス鋼は、近年 Ni 資源の枯渇等の問題から、低 Ni 化、ニッケルフリー化が求められている。また、オーステナイト形成作用の大きい窒素は鉄鋼材料の強度、耐食性などの向上に有効な元素であるため、さまざまな添加法が考案されている。本報告では、代表的な窒素添加法のひとつである「固相窒素吸収法」を用いて、高窒素ニッケルフリーオーステナイトステンレス鋼を試作し、一般的な耐熱鋼である SUS310S と高温しゅう動特性を比較した結果を紹介する。

キーワード：高窒素ステンレス鋼、ニッケルフリー、固相窒素吸収法、高温、トライボロジー

1. はじめに

高 Cr 鋼に多量の Ni を合金したオーステナイト系ステンレス鋼は耐食性や靱性等の機械的性質に優れているため広く利用されているが、Ni 資源の枯渇や、近年では Ni アレルギー患者の増加などの問題が生じている。このため、低 Ni 化あるいは Ni フリー化が求められ、Ni 代替元素として Mn や窒素を添加することが検討されている。特に窒素はオーステナイト形成作用が大きく、さらに鉄鋼材料の強度、耐食性などの向上に有効な元素であるため、従来より窒素を積極的に利用した鋼種が開発・実用化されてきている^{(1),(2)}。

また、鋼材への窒素の添加方法も研究が進められており、加圧式 ESR 法 (Pressurized Electro-Slag Remelting)^{(3),(4)}、固相窒素吸収法⁽⁵⁾、メカニカルアロイング法などが考案されている。特殊な溶解設備を必要とせず、ステンレス鋼に窒素ガス雰囲気焼鈍を施すだけで高窒素ステンレス鋼を製造

できる固相窒素吸収法は初期投資費用が抑えられ、加工後に固溶強化することができるため加工性に優れる。

これまで、高窒素ステンレス鋼の機械的性質に関しては多数報告されているが^{(1),(3)-(5)}、高温におけるしゅう動特性の報告はあまりない。固溶強化による高温強度の向上は凝着性の改善など、高温しゅう動材として期待できる。本報告ではステンレス鋼に固相窒素吸収法を用いて窒素濃度を高めることにより、フェライト系ステンレス鋼のオーステナイト化および、Ni, Cr 量が低いオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS304) の固溶強化を行い、一般的な耐熱鋼と高温しゅう動特性を比較した結果を紹介する。

2. 材料試作

2.1 試作材成分の検討

フェライト系ステンレス鋼をオーステナイト化させるためには平衡窒素吸収濃度の制御が極めて

* 研究開発事業部 基盤技術部 機械要素グループ

重要であり、土山らは⁵⁾、フェライト系ステンレス鋼がオーステナイト化するために必要な1%以上の窒素を含む高窒素鋼を作成するための条件を熱力学的平衡関係からCrとMnの関数として示している。(式1)

$$[\%N] = 0.9 \exp \{ 1.7 \times (-1.65 + 9.0 \times 10^{-2} [\%Cr] - 7.6 \times 10^{-4} [\%Cr]^2 + 3.4 \times 10^{-2} [\%Mn] - 2.59 \times 10^{-5} [\%Mn]^2 - 5.0 \times 10^{-4} [\%Cr] [\%Mn]) \}$$

(at1473K) (1)

Mnの添加は変態点を降下させオーステナイトを安定化させるが、結晶粒の粗大化や、耐酸化性の低下を招く。このため、窒素吸収前の試作材は表1のようにNiフリーの試作材AとNi、Mnフリーの試作材Bとした。

表1 試作材の成分 (mass%)

	C	Mn	Ni	Cr	Mo	N	Fe
試作材A	0.005	7.76	-	20.72	4.0	-	Bal.
試作材B	0.006	<0.01	-	24.38	4.0	-	Bal.

2.2 窒素吸収処理条件

窒素吸収処理条件として、1373K以下ではCrNやCr₂Nなどの窒化物が析出し、1573K以上では平衡窒素濃度が低下するため多量のフェライトが残存することから、試作材は1473K、0.1MPaで窒素雰囲気中に24時間保持した。

処理後の結晶構造の調査には、X線回折装置を用いた。X線回折は集中法を用い、Cu管球、Kβフィルタ法を使用し、X線の照射角度は30degから80deg、ステップ操作は0.004deg/sec、管電圧と管電流はそれぞれ40kV、30mAで測定した。結果を図1に示す。

処理前の試作材Aは44°と64°にピークが出ておりBCC(体心立方格子)のピークに対して、低角側にピークシフトがみられるが一致している。シフトの原因はブラッグの式(2dsinθ = nλ)より、格子面間隔が広がったことが原因と考える。一方、24時間処理したものはFCC(面心立方格子)

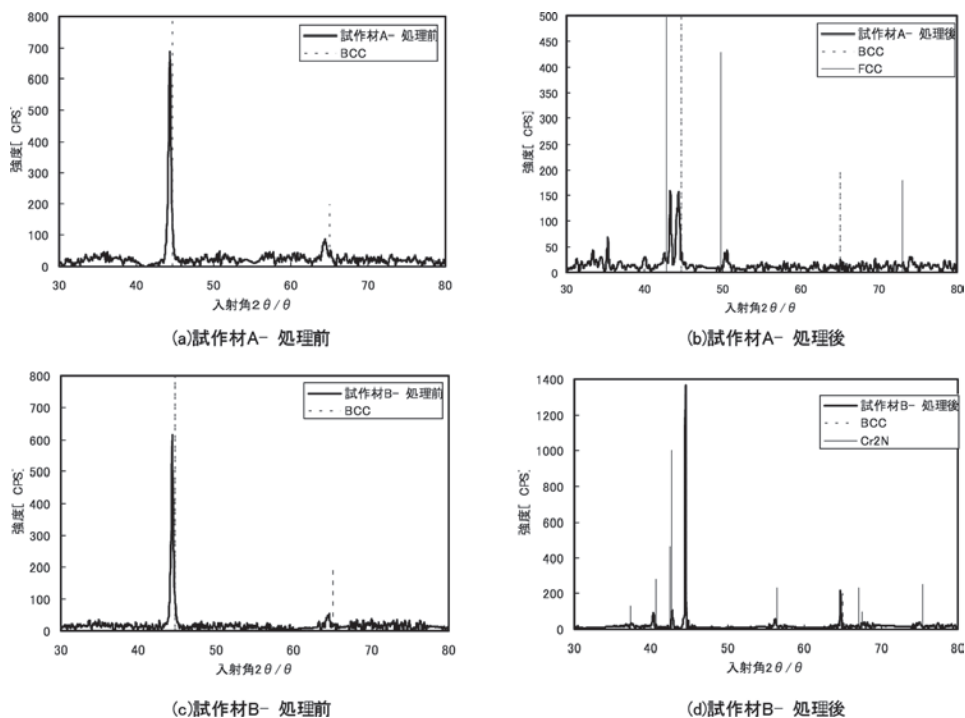


図1 X線回折の結果

のピーク近傍にも同様のピークがみられることから、一部の FCC 化が確認できた。試作材 B では処理後に Cr₂N のピークに近いものが検出されたが FCC のピークは見られなかった。原因としては窒素吸収後の冷却速度が遅かったことや窒素吸収処理中の供試材の加熱が不十分だった可能性などが考えられる。

3 トライボロジー特性評価

3.1 実験方法

高窒素ステンレス鋼の高温しゅう動特性を取得するために摩擦試験を実施した。試験装置は図 2 に示すとおり電気炉内で往復運動が可能な機構を有し、ロッド先端に取り付けられた負荷アームに錘を乗せて、試験面に荷重をかけながらしゅう動する。アクチュエータとロッドの間にロードセルを設置し、摩擦力を計測する。試験温度は平板試験片の下部に熱電対を取り付け、温度を計測し、温度調節器で PID 制御をした。試験片は円柱と平板の形状を組み合わせ、線接触となる。試験中の摩擦力の変動と試験後の摩擦面の観察から、一般的な高温部材として使用されているオーステナイト系ステンレス鋼である SUS310S と市販の Ni 量が 10% の高窒素鋼（以後市販材とする）、Ni、Cr 量を減らした SUS304 を窒素固溶強化させたもの、およびオーステナイト化が確認できた試作材 A のしゅう動特性を取得し比較した。試験は垂直荷重 10N、すべり速度 3.3mm/s、大気雰囲気中

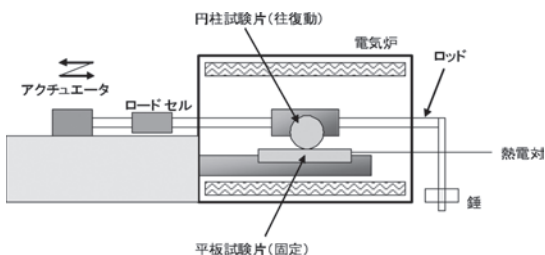


図 2 高温しゅう動試験機概略図

800℃にて実施した。

3.2 高温しゅう動特性

各材料の試験中の摩擦係数の推移を図 3 に示す。一般的な高温部材として使用されている SUS310S の試験中の摩擦係数は平均で 1.30 前後である。

25Cr-20Ni の SUS310S と比べて Ni 量が半分である市販材の試験中の摩擦係数は初期の摩擦係数が 1.05 と低めであったが中盤から徐々に摩擦係数が上昇し最終的には 1.28 前後となった。

オーステナイト系ステンレス鋼に窒素を吸収させ、固溶強化した SUS304 の摩擦係数は初期から 0.95 と低めであり、徐々に摩擦係数の低下がみられ、最終的には 0.75 前後となった。

固相窒素吸収法を用いオーステナイト化させた試作材 A の試験中の摩擦係数は変動幅が小さく、摩擦係数は初期の 0.99 から徐々に低下し、最終的には 0.89 前後であった。

Ni 量を減らした高窒素鋼は SUS310S と比較して同等以上の高温しゅう動性を持つことがわかった。

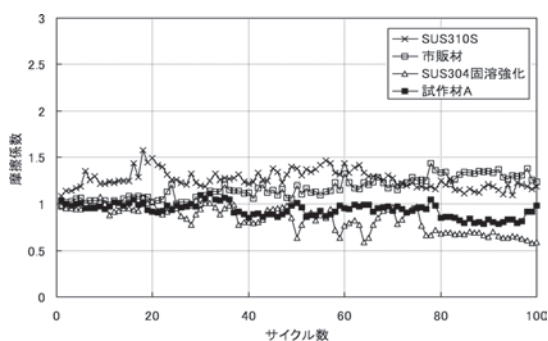


図 3 試験中の摩擦係数の変動

3.3 表面状態の比較

各材料の試験後の表面状態を三次元レーザー形状測定により計測した結果を図 4 に示す。SUS310S の試験後は (a) に示すように、平板、円柱試験片が共に激しい凝着を起こしており、深

い摩耗痕と共に凝着粒子が確認できる。

市販材の試験後の表面は (b) に示すように、SUS310S に比べ摩耗痕深さは浅く凝着粒子の量も少ない。

SUS304 固溶強化の試験後の表面は (c) に示すように、円柱材の摩耗痕がほとんど無く、平板材の摩耗痕も小さい。しかし、表面に小さめの凝着粒子が多く付着している。

試作材 A の試験後の表面は、(d) に示すように平板材はほとんど摩耗せず、円柱側が摩耗している。平板側の表面には SUS304 固溶強化と同様に小さめの凝着粒子が多く付着している。

高窒素鋼の凝着性の改善効果は、高温強度の向上⁽⁵⁾や、ねばりのある Ni 量の減少などが原因と考えられる。また、高温時効中には窒化物の析出やマルテンサイトの生成などの報告がされており⁽¹⁾、試験中の硬度変化（真実接触面積の減少）が凝着性に影響を与えた可能性が考えられる⁽⁶⁾⁽⁷⁾。これらのことから、前述の高温しゅう動性の向上は凝着力の低減によるものと考えられる。しかしながら、本試験においては、試験後の硬度や結晶状態の調査が十分にされていないため、今後の課題である。

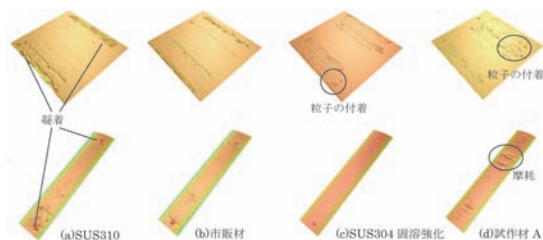


図 4 試験後の三次元形状計測結果

4 結論

固相窒素吸収法を用いて、高窒素ニッケルフリーオーステナイトステンレス鋼を試作し、その高温トライボロジー特性を評価した結果、以下の

知見を得た。

- (1) 高 Cr のフェライト系ステンレス鋼において、高窒素化処理を行うことで BCC の FCC 化が確認できた。
- (2) 高窒素化処理により固溶強化され、低 Ni 材でも高温強度上昇が期待でき、しゅう動特性も改善されることを確認した。

5 謝辞

本研究を進めるにあたり、ご指導をいただいた工学院大学 機械工学科 金属・セラミック材料研究室 大野隆准教授に感謝いたします。

参考文献

- 1) 中澤、星野、山口、片田：鉄と鋼：vol.93 (2007) No.3
- 2) 片田 康行：2006 年度物質材料アウトLOOK：p.342
- 3) 成田 修二、濱野 修次、清水 哲也：電気製鋼：Vol. 77、(2006) p.171
- 4) 古賀 猛、清水 哲也、野田 俊治：電気製鋼：Vol. 73、(2002) p.127
- 5) 土山 聡宏、高木 節雄：電気製鋼：Vol. 77、(2006) p.163
- 6) 木村 好次、岡部 平八郎：トライボロジー概論 (1992)、養賢堂
- 7) 山本 雄二、兼田 楨宏：トライボロジー (2005)、理工学社



研究開発事業部 基盤技術部
機械要素グループ
山崎 崇広
TEL. 045-759-2121
FAX. 045-759-2155