

115 高エネルギーイオン注入表面改質によるマルテンサイト系ステンレス鋼の疲労特性改善について

立命館大学理工学部 正 田中 道七
立命館大学理工学部 正 山元 茂
大阪産業大学短期大学部 正 中山 英明
立命館大学大学院 学 ○加藤 昌彦

1. 緒言

材料の疲労強度を向上させるのに表面硬化などの種々の表面処理が有効であるが、この処理法の一つに、イオン注入法があげられる。

イオン注入法は注入すべき元素をイオン化し、高エネルギーに加速したものを固体表面に衝突させて特定の層にたたき込むという原子注入法であり、従来の熱拡散による合金法とは異なり、熱力学的な制約なしに所定の元素を任意の物体に注入し得る。

本研究では、イオン注入材として高強度合金鋼である2種のマルテンサイト系ステンレス鋼を用い、これに窒素イオンの注入を施し、疲労強度改善効果について調べた。その結果、イオン注入後に熱処理を施すことにより疲労強度が顕著に向上することが認められたので以下に報告する。

2. 実験材料および実験方法

使用した材料は弁パネ材として用いられるマルテンサイト系ステンレス鋼(UHB716,GIN6)であり、Table 1に、化学成分をTable 2に引張荷重下での機械的性質を示す。

試験片表面へのイオン注入処理には高エネルギーイオン加速装置を利用し、常温、高真空下でTable 3に示す4種類の条件で行った。また、本研究では注入イオン元素を拡散するため後熱処理の効果も調べたが、この条件は100℃～400℃の範囲の一定温度で6時間保持とした。

疲労試験は横型電気油圧サーボ疲労試験機を使用し、繰返し速度10Hz、応力比 $R=0.16$ の片振平面曲げ条件下で行い、疲労き裂進展試験でのき裂長さの測定はレプリカ法によった。なお、き裂の発生時期は表面き裂長さが100 μm に達した繰返し数とした。

3. 実験結果および考察

3-1. 疲労強度および疲労き裂進展特性 UHB716を供試材料とする窒素イオン注入試験片およびイオン注入後熱処理を施した試験片を用いて行った平面曲げ疲労試験結果をFig.1に示す。図より、後熱処理が施されていない4種類の丸印(○, ⊗, ⊕, ⊙)で示される結果を見ると、⊕印で示される注入エネルギー0.8MeV、注入量 10^{15}ions/cm^2 の条件下でのイオン注入材は未注入材に比較して高強度を示しているが、他の注入材は顕著な

Table 1 Chemical composition of materials

Material	Chemical Composition (%)				
	C	Si	Mn	Cr	Mo
UHB716	0.35	0.40	0.45	13.5	1.0
GIN6	0.40	0.35	0.35	13.5	1.25

Table 2 Monotonic tensile properties of the materials

Material	Yield stress σ_s (MPa)	Tensile strength σ_b (MPa)
UHB716	1510	1860
GIN6	—	1850

Table 3 Conditions of ion implantation

Material	Ion species	Energy E (MeV)	Dose D (ions/cm ²)	Projection range R_p (μm)
UHB716	N^+	0.8	10^{14}	≈ 0.6
		0.8	10^{15}	≈ 0.6
		1.2	10^{15}	≈ 0.8
GIN6	N_2^+	1.2	10^{17}	≈ 0.4

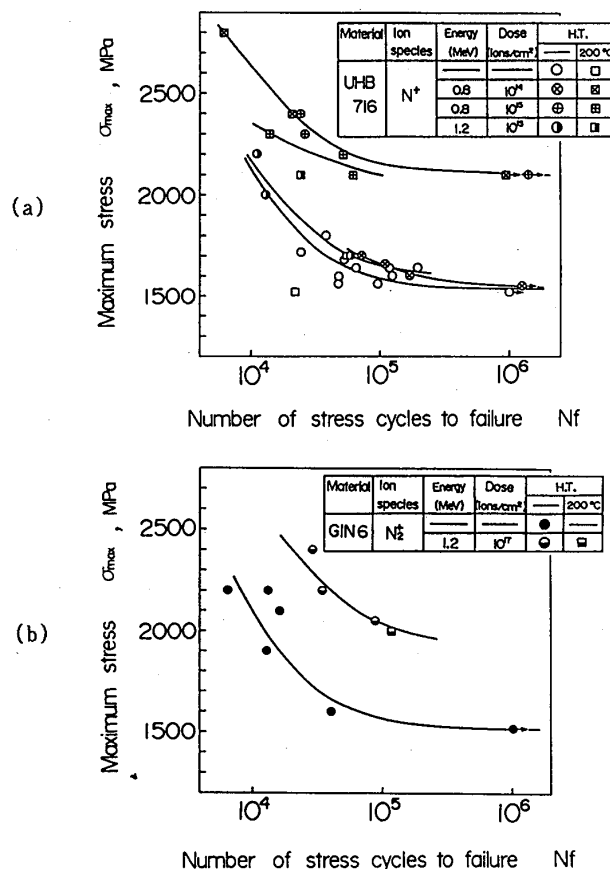


Fig.1 S-N_r curves

疲労強度改善効果を示さなかった。また、同図で後熱処理が施された四角印(□, ⊠, 田, ■)については、未注入材では全く熱処理効果はないが、イオン注入材では全ての実験点で改善効果が見られた。

以上のことから、本研究で使ったマルテンサイト系ステンレス鋼についてはイオン注入処理、さらに後熱処理を施すことによる疲労強度の改善効果が確認された。イオン注入法による疲労強度の改善は鉄鋼材料に 10^{17} ions/cm²程度のイオン注入を行ったもので確認されており、本実験の結果とも一致する。注入エネルギー0.8MeV、注入量 10^{14} ions/cm²の条件下でイオン注入を行った材料の実験結果に見られるように、注入処理のままでは疲労強度特性改善効果が見られない場合においても後熱処理を施すことにより顕著な改善が得られ、イオン注入と後熱処理との組み合わせが効果的であることが認められた。また、疲労強度改善効果は全ての繰返し数範囲で一様ではなく高繰返し領域において顕著に現れる傾向にあり、疲労限においてその効果が最大となることが確認された。

Fig.2は縦軸にFig.1より得られる 10^5 回時間強度を、横軸にイオン注入量を用い整理した図である。未熱処理材の時間強度はイオン注入量が 10^{14} ions/cm²では改善がみられないが、注入量がこれ以上になると注入量の増大に伴い上昇する傾向にある。一方、後熱処理材はイオン注入量が 10^{14} ions/cm²で既に効果が現れておりイオン注入量の増大に伴い時間強度は若干減少する結果が得られた。

次に、GIN6を用いて最大応力 $\sigma_{max}=2200$ MPaで疲労試験を行って得たイオン注入材と未注入材の平面曲げ荷重下でのき裂発生および破断寿命をTable 4に示す。表に示される様に注入材のき裂発生時期は未注入材のそれより遅く、イオン注入による疲労き裂発生に対する改善効果が認められた。

Fig.3はき裂進展速度と応力拡大係数の関係であるが、図中の実線は参考として切欠付き(CCT)試験片を試験することにより得られた巨視貫通き裂のき裂進展曲線を表している。

Fig. 3にGIN6材のイオン注入材および未注入材のき裂進展特性を示している。なお、図中の実線は参考として未注入材のCCT試験片による巨視貫通き裂のき裂進展曲線を表す。図にみるようにオン注入材と未注入材のき裂進展特性にほとんど相違は無く、巨視貫通き裂のき裂進展曲線にほぼ添う形となっている。このことからき裂長さ $100\mu\text{m}$ 以上のき裂進展特性に対するイオン注入による効果は無いものと考えられる。

3-2. 窒素濃度分布測定 2次イオン測定装置の一種

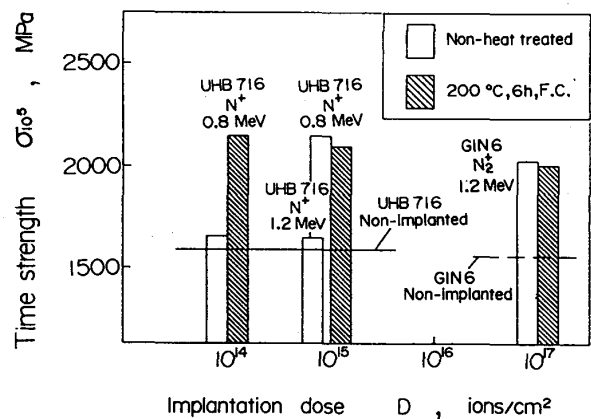


Fig.2 Relationship between time strength σ_{10^5} and implantation dose

Table 4 Number of stress cycles to crack initiation and fracture

Implantation condition	Number of cycles $\times 10^4$	
	crack initiation N_i	fracture N_f
—	1.05	1.25
—	1.30	—
$N_2^+, 1.2 \text{ MeV}, 10^{17} \text{ ions/cm}^2$	1.70	1.80
—	1.85	1.94

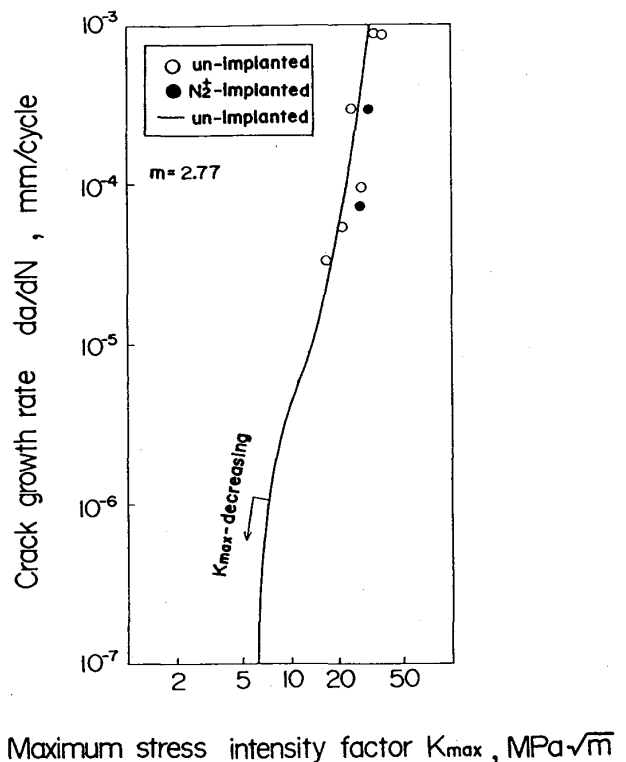


Fig.3 Crack growth rate curves

であるイオンマイクロアナライザによる注入面深さ方向への窒素濃度分布の測定結果をFig.4に示す。ここではイオン種 N_2^+ 、加速エネルギー1.2MeV、イオン注入量 10^{17} ions/cm 2 の条件でイオン注入を行った場合について、図4(a)はイオン注入ののち、熱処理が施されていないものについて、図4(b)はイオン注入の後、後熱処理が施されているものについて示してある。Fig.5(a)(b)は未注入材の測定結果を示したものであり、図(a)(b)の区分の仕方はFig.4の場合と同様である。図中の横軸はスパッタリング時間を表し、試料表面からの深さに相当する。縦軸は測定装置より得られる窒素濃度に対応するエネルギーを母材の鉄濃度に対応するエネルギーで除することにより得られる無次元化エネルギーであり、窒素の相対濃度に対応する。

Fig.5に示されるようにイオン未注入材の窒素濃度は平均的には熱処理材・後熱処理材共にほぼ一定値を示しており、窒素は試料内に一様に分布していると考えられる。

Fig.4(a)に示す後熱処理が施されていないイオン注入材の窒素濃度は表面部において最大値が得られており、内部方向にゆくにつれ指数的に減衰する傾向がスパッタ時間が1時間程度の領域まで認められ、その後は一定の値となった。測定後にスパッタによる試料表面のくぼみの深さを測定した結果、試料表面に最大に存在している窒素は内部方向0.4 μ m程度の層まで存在していると推定される。

後熱処理を施したイオン注入材の窒素イオン濃度分布を示すFig.4(b)では、窒素の相対濃度はスパッタ時間が1.5hr程度までほぼ一定であり、その後減少する傾向を示し、未熱処理材に比べ表面で減少し、内部で増加するという変化がみられた。未熱処理材と同様に分析後に試料表面のくぼみ深さの測定の結果、窒素イオンは1-2 μ m程度の層にまで拡散していると推定される。後熱処理によるこのような変化はイオン注入直後は表面に最大に存在している窒素原子が後熱処理により表面から内部へと拡散したためであると考えられる。

4. 結言

本研究の結果得られた主な結論は以下の通りである。

- 1) イオン注入により疲労強度は改善され、後熱処理を施すことにより、さらに顕著な改善効果が認められた。
- 2) イオン注入がき裂発生時期の遅延に効果があることが認められ、き裂進展特性には影響を及ぼさないことが確かめられた。

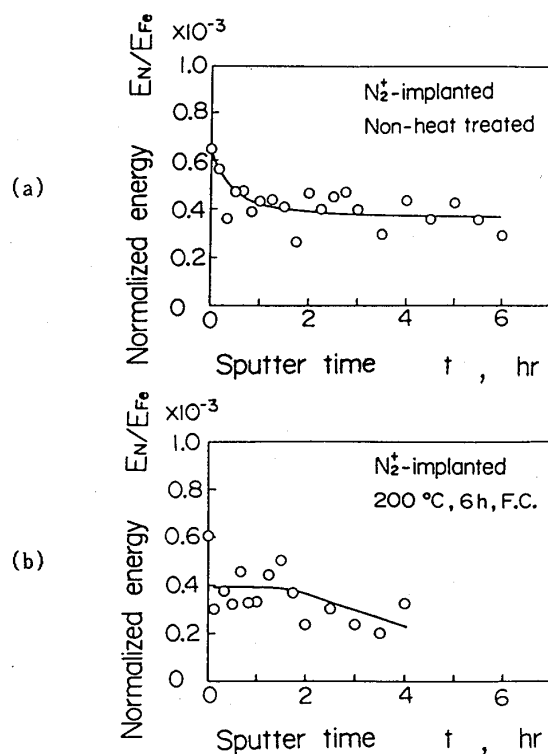


Fig.4 Relationship between normalized energy and sputter time (N_2^+ -implanted)

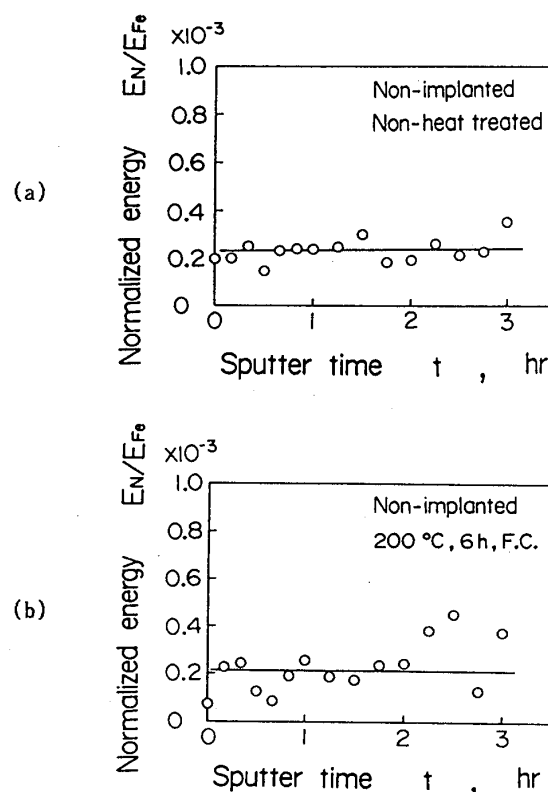


Fig.5 Relationship between normalized energy and sputter time (Non-implanted)