科学研究費助成事業 研究成果報告書



平成 26 年 5 月 26 日現在

機関番号: 17102 研究種目:挑戦的萌芽研究 研究期間:2012~2013

課題番号: 24656415

研究課題名(和文)逆変態 層の形成による高強度ステンレス鋼の水素脆化防止

研究課題名(英文)Prevention of hydrogen embrittlement by the formation of reversed austenite layer in high strength stainless steel

研究代表者

高木 節雄(takaki, setsuo)

九州大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号:90150490

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3,100,000円、(間接経費) 930,000円

研究成果の概要(和文):本研究では、加工誘起マルテンサイト変態によって準安定オーステナイト系ステンレス鋼(Fe-16%Cr-10%Ni)を強化し、そののちに、冷間加工材の表面のみを局所的な誘導加熱に供してマルテンサイトをオーステナイトに逆変態させた。その結果、内部にマルテンサイトを残したまま、表面のみにオーステナイト層を形成させることに成功し、材料内部への水素侵入が適度な厚さを有するオーステナイト層によって効果的に抑制されることが分かった。

研究成果の概要(英文): In this research, a meta-stable austenitic stainless steel (Fe-16%Cr-10%Ni) was st rengthened by deformation induced martensitic transformation and then only the surface of cold worked mate rial was subjected to local induction heating to cause the reversion from martensite to austenite. As a r esult, it was found that the austenite layer can be formed in vicinity of the surface of the steel while I eaving the martensite inside and the hydrogen permeation into material is effectively suppressed by the au stenite layer with a moderate thickness.

研究分野:工学

科研費の分科・細目: 材料工学 構造・機能材料

キーワード: 水素脆性

1.研究開始当初の背景

化学プラントや海浜地区で使用される鋼 構造物には、高い強度だけでなく優れた耐 腐食性が要求されることから、マルテンサ イト組織を主体とした高強度ステンレス鋼 が使用されている。しかし、bcc 構造を有 するマルテンサイト組織は水素の拡散が非 常に速く、使用中に水素脆化を起こすとい う致命的な欠点があるため、現在その防止 には特殊なメッキなどで表面を被覆する以 外の手段がないと考えられていた。一方、 fcc 構造のオーステナイト系ステンレス鋼 については、マルテンサイト組織に比べ水 素の拡散が著しく遅いため、水素脆化の問 題はないが、強度が低いという欠点がある。 本研究は、高強度ステンレス鋼の特性を損 なうことなく、かつ表面塗装などの手法を 使わずに水素脆化を効果的に防止すること を目的として、部材の表層に水素の侵入を 防止するオーステナイト皮膜を形成させる ための組織制御法を提案し、その効果を検 証しようとするものである。

2.研究の目的

準安定オーステナイト系ステンレス鋼は 冷間圧延を施すことにより、加工誘起マルテ ンサイト変態を生じ、その強度が約 10 倍に まで向上する。またその後高温で保持し冷却 することでオーステナイトへ逆変態するこ とはよく知られている。そのため、一度冷間 加工により組織をマルテンサイトとした後、 短時間の高周波加熱を施せば、表面層の薄い 逆変態オーステナイトの皮膜を得ることが でき、水素脆化の防止できると考えられる。 そのため、本研究では準安定オーステナイ ト系ステンレス鋼を対象として、(1)加 工誘起マルテンサイトのオーステナイトへ の逆変態挙動に及ぼす高周波加熱条件の影 響を調査し、表面のオーステナイト皮膜を 形成する技術を確立し、(2)水素侵入挙 動に及ぼすオーステナイト皮膜の影響を調 査した。

3.研究の方法

(1)表面オーステナイト皮膜を有する高 強度ステンレス鋼の作製

本研究で使用する供試材には準安定オーステナイト系ステンレス鋼である 16%

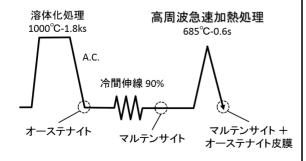


図1 熱処理加工プロセス

Cr-10%Ni 鋼を高周波加熱が容易な棒状に加工したものを用いた。図1に今回行った熱処理加工工程を示す。まず溶体化処理によりオーステナイト単相組織を得た後、引抜伸線加工を施すことで、ほぼ全面を加工誘起マルテンサイト変態させる。ついで高周波加熱するより、マルテンサイトからオーステナイトの逆変態を生じさせる。これにより得種組織観察や、硬度試験によりその特性を調査した。

(2)水素侵入挙動に及ぼすオーステナイト皮膜の影響の調査

作製した供試材に対し、まずチオシアン酸アンモニウム水溶液に浸水した後、昇温脱離分析法(TDS)を用いて水素放出量を測定することで、水素侵入挙動に及ぼすオーステナイト皮膜の影響を調査する。

4. 研究成果

図2に高周波加熱により逆変態処理をした 丸棒試料の縦断面組織と、試料内部および表 面近傍における結晶方位マップを示す。試料 表面近傍より約 1mm を境に試料の濃淡が変 化しており、異なる組織が形成されているこ とが分かる。結晶方位解析により試料表面で は主として約3µmの微細なfcc相が形成され ており、それに対し内部では明瞭な菊池線が 得られず、X線回析の結果から bcc 相のピー クのみが得られていた。また硬度試験により 表面近傍では約2GPaであったのに対し、内 部では約4GPaもの高強度を有していた。こ のことから伸線加工により、試料全面に対し 加工誘起マルテンサイト変態が生じ、その後 高周波加熱により表面近傍のみ逆変態を生 じ微細なオーステナイト皮膜が得られたこ とが確認された。

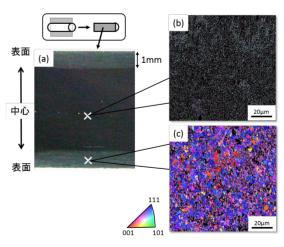


図 2 (a)逆変態処理後の縦断面組織、 電子線後方散乱法より取得した結晶方位 マップ(b)試料内部、(c)試料表面近傍

図3に伸線加工材と逆変態処理材をそれぞれチオシアン酸アンモニウム水溶液に浸漬した後に TDS により水素放出挙動を測定した結果を示す。伸線まま材では200 付近に明瞭なピークが見られ、一般的に水素脆化に影響があるとされている拡散性水素が鋼中に多量に吸蔵されていることが分かる。一方、逆変態材では、いずれの温度においても明瞭なピークは見られず、表層部をオーステナイトとすることで、水素吸蔵が著しく抑制されたことが確認された。

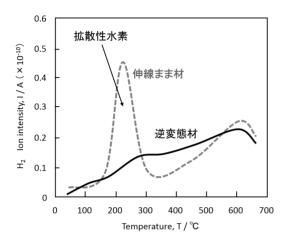


図3 伸線材と逆変態材の水素放出挙動

このような水素吸蔵の差異は fcc 構造と bcc 構造の水素の拡散速度に大きな違いがあるためであると考えられる。本研究における水素吸蔵処理時間 (86.4ks 浸漬)において、水素はマルテンサイト組織内で約 2.9cm も拡散するのに対し、オーステナイト組織内では約 45µm しか拡散できないことが算出でき、このことから、表面にオーステナイト皮膜を形成することで、鋼中への水素侵入を著しく抑制でき、これにより水素脆化を抑制できると考えられる。

本研究で使用した棒状試験片において耐水素脆化特性を評価するまでには至らなかったが、板状の準安定オーステナイト系ステ

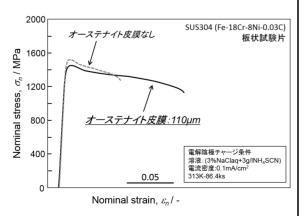


図 4 オーステナイト皮膜を形成した SUS304 の耐水素脆化特性

ンレス鋼を用い、図2のように内部をマルテンサイト組織とし、表面近傍の約 110µm にオーステナイト皮膜を形成させた試料に対し、電解陰極法により水素チャージを施した後引張試験に供した結果を図4に示す。オーステナイト皮膜を形成させた試料は皮膜のないものと比べ、引張強さ1GPaを超えるが分かる。またこの際の水素吸蔵量は皮膜のない材料に比べ約5分の1にまで抑制できていることを確認している。

以上の結果より、表面にオーステナイト皮膜を付与させることにより、高強度を有しながら耐水素脆化特性も向上させることが実現可能であることが証明された。

5 . 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者に は下線)

〔雑誌論文〕(計1件)

1. Yoshikazu MATSUOKA, Tatsuya IWASAKI, Nobuo NAKADA, Toshihiro TSUCHIYAMA and <u>Setsuo TAKAKI</u>, Effect of Grain Size on Thermal and Mechanical Stability of Austenite in Metastable Austenitic Stainless Steel, ISIJ International, vol.53(2013),1224-1230, 査読有り

[学会発表](計5件)

- 1. Yoshikazu Matsuoka, Nobuo Nakada, Toshihiro Tsuchiyama, <u>Setsuo Takaki,</u> Inhomogeneous Deformation Inducced Martensitic Transformation behavior of Retained Austenite Dispersed in Martensitic Stainless Steel, IUMRS-ICA2012, 2012年8月28日
- 2. 中田伸生,岩崎竜也,松岡禎和,土山聡宏,<u>高木節雄</u>,準安定オーステナイト系ステンレス鋼の熱的・機械的安定性に及ぼす結晶粒径の影響,日本鉄鋼協会第164回秋季講演大会,2012年9月19日
- 3. 岩永修一,香月裕太郎,坪井耕一, Macadre Arnaud,中田伸生,土山聡宏, <u>高木節雄</u>,組織傾斜化による準安定オー ステナイト系ステンレス SUS304 鋼板 の水素脆化の抑制とその設計指針,日本 鉄鋼協会 第 166 回秋季講演大会, 2013 年 9 月 18 日
- 4. Yoshikazu MATSUOKA, Nobuo NAKADA, Toshihiro TSUCHIYAMA, Setsuo TAKAKI, Effect of grain size on mechanical stability of austenite in metastable austenitic stainless steel, THERMEC 2013, 2013 年 12 月 4 日

[図書](計0件)

〔産業財産権〕

- ○出願状況(計0件) なし
- ○取得状況(計 0 件) なし 〔その他〕 ホームページ http://takaki.zaiko.kyushu-u.ac.jp/

6.研究組織

(1)研究代表者

高木 節雄(TAKAKI SETSUO) 九州大学・大学院工学研究院・教授 研究者番号:90150490

- (2)研究分担者 なし
- (3)連携研究者 なし