水素添加後のオーステナイト系ステンレス鋼表面層のビッカース硬さ に対する押し込み荷重の影響

高桑脩^{*1}, 眞野優太^{*2}, 祖山均^{*1}

Effect of Indentation Load on Vickers Hardness of Austenitic Stainless Steel after Hydrogen Charging

Osamu TAKAKUWA^{*3}, Yuta MANO and Hitoshi SOYAMA

^{*3} Tohoku University, Dept. of Nanomechanics
Aoba, Aramaki 6-6-01, Aoba-ku, Sendai, 980-8579 Japan

In order to reveal the effect of indentation load on Vickers hardness of austenitic stainless steel after hydrogen charging, the Vickers hardness measurements have been conducted with three different indentation load of 0.49, 1.96 and 9.80 N. The obtained results show the Vickers hardness increases along with hydrogen charging time and the increase in the Vickers hardness depends on magnitude of indentation load. In the load of 0.49 N and 9.80 N, the Vickers hardness has a maximum value of 3.04 and 2.04 GPa which is 1.58 and 1.15 times larger than value of 1.73 and 1.70 GPa before hydrogen charging, respectively. It might be due to effect of hydrogen concentration gradient in respect to depth on deformation during indentation.

Key Words : Hardness, Hydrogen Embrittlement, Stainless Steel, Indentation

1. 緒 言

水素は金属材料中に侵入し、いわゆる水素脆化を引き起こすことが知られている。水素脆化のメカニズムは複雑故に未解明であり、様々な理論が提案されている。水素の金属中での挙動は水素 - 転位間相互作用に大きく依存し、水素は転位核形成や転位の動きを活性化させることが知られている。この相互作用により、水素局所塑性変形助長理論”HELP”などが提案されている。一方、水素により転位易動度が減少し、転位動を阻害するといった二面性の報告があり、水素添加によるオーステナイト系ステンレス鋼の表面層の硬さが増大することが明らかとなっている¹⁾。オーステナイト相における水素拡散は非常に遅く、固溶した水素は表面近傍に濃度勾配を有すると推測できる。水素が固溶した際の硬さ変化に関しては報告が見られ、水素添加によりオーステナイト系ステンレス鋼のビッカース硬さが10%程度増大するといった報告も見られる。一方、前述したように最表面に顕著な水素濃度勾配が存在していると考えられるため、硬さ測定の結果に対して押し込み荷重の影響が顕著に発現する可能性がある。

そこで本報では水素によるビッカース硬さの系時変化に対する押し込み荷重の影響を検証するため、水素添加を行ったオーステナイト系ステンレス鋼 JIS SUS316L に対して3条件の押し込み荷重にてビッカース硬さ測定を行った。

2. 実験装置および方法

試験片には予ひずみを除去した25 mm×25 mm×4 mmのオーステナイト系ステンレス鋼 JIS SUS316L 調質材を用いた。ビッカース硬さ試験には、微小硬度計(株式会社島津製作所, HMV-1)を用いた。押し込み荷重 P は $P=0.49\text{ N (50 gf)}$, 1.96 N (200 gf) , 9.80 N (1000 gf) の3条件とし、試験時間は10 sとした。ビッカース硬さは5カ所における測定値の平均値とした。水素添加は試験片を陰極に接続し、電気分解によって水素を発生させる電解チャージ法により行った。電解液には濃度0.5 mol/lの硫酸を用い、恒温槽によって保持温度を50℃とした。また、単位面積当たりの電流を 0.8 mA/mm^2 に制御した。水素添加時間を実験時間 $t=0\text{ h}$ (未添加)から $t=48\text{ h}$ まで変化させて4 hごとに測定した。その後は脱離過程におけるビッカース硬さの系時変化を検証するため、添加終了後も水素脱離時間336 h($t=384$)まで継続してビッカース硬さ測定を実施した。なお、実験は全て同一の試験片で行った。

^{*1} 正員, 東北大学(〒980-8579 宮城県仙台市荒巻字青葉6-6-01)

^{*2} 東北大学大学院

E-mail: o_takakuwa@mm.mech.tohoku.ac.jp

3. 実験結果

図1には、押し込み荷重 $P=0.49, 1.96, 9.80$ Nで測定したビッカース硬さ H_V の水素添加・脱離の際の経時変化の結果を示す。なお図1(b)および(c)はそれぞれ水素添加過程および脱離過程における結果を示す。また図2には水素添加により変化した各押し込み荷重における最大 H_V をそれぞれ示す。水素添加前の H_V はそれぞれ、 $P=0.49$ Nでは $H_V=1.73$, 1.96 Nでは 1.78 , 9.80 Nでは 1.70 GPaと押し込み荷重による H_V の差異はみられない。図1より、水素添加によってビッカース硬さが増大し、脱離によって回復することがわかる。また、 $P=0.49$ Nでは水素添加後に

Fig. 1 Vickers hardness as a function of charging time due to indentation load ($t=0 \sim 384$ h)

Fig. 2 Variation of maximum Vickers hardness due to both hydrogen charging and indentation load

急激に H_V が増大し $t=12$ hで $H_{V,max}=3.07$ GPaとなり水素添加前の1.77倍となった。水素添加継続中にも関わらずその後減少し、 $t=36$ hでは $H_V=2.02$ GPaで収束している。添加終了後の脱離により $t=384$ hでは $H_V=1.66$ GPaとほぼ元の値まで回復している。この傾向は $P=1.96, 9.80$ Nでもみられるが変化量は P が増大するほど減少している。また図2より、 $P=0.49$ Nでは $H_{V,max}=3.07$ GPaであったのに対し、 $P=1.96$ Nでは $H_{V,max}=2.87$ GPa、 $P=9.80$ Nでは $H_{V,max}=2.04$ GPaとそれぞれ水素添加前の1.58倍、1.15倍であった。さらにすべての押し込み荷重において水素添加終了時の $t=48$ hでは飽和し、ほぼ同等の H_V 値を示している。さらに、 P が増えることで最大値をとる水素添加時間が増大することが明らかとなり、これは押し込み時の変形領域と水素濃度深さ分布の関係によるものであると推測でき、押し込み過程における変形時に水素濃度勾配が大きく関与しているものと考えられる。

4. 結 言

水素添加後のオーステナイト系ステンレス鋼SUS316Lのビッカース硬さ H_V を、押し込み荷重 P を $0.49, 1.96, 9.80$ Nと変化させ、その影響を検証した。その結果、押し込み荷重が小であるほど水素添加による H_V 増大が顕著であり、 $P=9.80$ Nでは約1.15倍となったのに対し、 $P=0.49$ Nでは約1.77倍の増大となった。また最大の H_V をとる水素添加時間 t にも差異がみられ、 $P=9.80$ Nでは $t=36$ hであったのに対し、 $P=0.49$ Nでは $t=12$ hであった。

本研究の一部はJSPS科研費24360040, 25820001の助成によるものである。

文 献

- (1) Takakuwa, O. and Soyama, H., Using an Indentation Test to Evaluate the Effect of Cavitation Peening on the Invasion of the Surface of Austenitic Stainless Steel by Hydrogen, *Surface & Coatings Technology*, Vol. 206, No.18 (2012), pp. 3747-3750