

## メカニカルアロイング法により製造した高強度ニッケルフリーステンレス鋼の機械的性質

土山, 聡宏  
九州大学大学院工学研究院材料工学部門

高木, 節雄  
九州大学大学院工学研究院材料工学部門

<https://doi.org/10.15017/19296>

---

出版情報：福岡醫學雜誌. 96 (6), pp.284-286, 2005-06-25. 福岡医学会  
バージョン：  
権利関係：

## メカニカルアロイング法により製造した 高強度ニッケルフリーステンレス鋼の 機械的性質

九州大学大学院工学研究院材料工学部門

土山 聡宏, 高木 節雄

### はじめに

SUS 304 L (Fe-18Cr-11Ni 合金) や SUS 316 L (Fe-18Cr-14Ni-2.5Mo 合金) のオーステナイト系ステンレス鋼は、優れた耐食性および加工性を有するため生体用の構造材料として骨固定材や人工関節等に適用されている。しかし、これらのステンレス鋼にはオーステナイト組織を得るために多量のニッケルが添加されており、これが皮膚アレルギーの原因になることから、近年ではニッケルを使用しないニッケルフリーステンレス鋼の開発研究がヨーロッパを中心に盛んに行われている。ニッケルの代替として最も有効な元素は窒素

である。窒素はニッケルと同様、オーステナイト安定化元素であり、約1%の窒素をクロム鋼に添加することでニッケルなしに上記のステンレス鋼と同様のオーステナイト系ステンレス鋼が得られる。また窒素は、ステンレス鋼の耐食性や強度特性を著しく高める作用もあり、高窒素オーステナイト系ステンレス鋼は、錆びにくい・強い・ニッケルフリーの3拍子を揃えた生体用に適した金属材料のひとつと言える。本稿では、メカニカルアロイングと呼ばれる一種の粉末冶金法（金属粉末を固化することにより金属バルク材料を製造する手法）により、単なるニッケルフリーの高窒素ステンレス鋼を製造するのではなく、金属結晶サイズ（結晶粒径）を従来材の10分の1以下にまで微細にして強度を飛躍的に高めた「微細粒高窒素オーステナイト系ステンレス鋼」を製造した例を紹介させていただく。

### 1. 実験方法

Fig. 1 にメカニカルアロイング (MA) 法の手順を模式的に示す。原料となる粉末として Fe-20%Cr 合金粉末および窒化物 ( $\text{Cr}_2\text{N}$ ) 粉末を用いた。これらの原料粉は、室温でも安定なオーステナイト組織が得られる組成である Fe-23%Cr-1%N に秤量・混合した後 MA 処理に供した。MA 処理は混合粉 70 g を直径 12 mm の鋼球 (SUJ2 製) 1350 g とともに、容積 0.4 L のステンレス鋼製ミル容器に充填した後、アルゴンガス雰囲気中にて、遊星型ボールミル装置を用いて 360 ks まで行った。得られた MA 粉は  $45 \mu\text{m}$  以下 (-350 mesh)

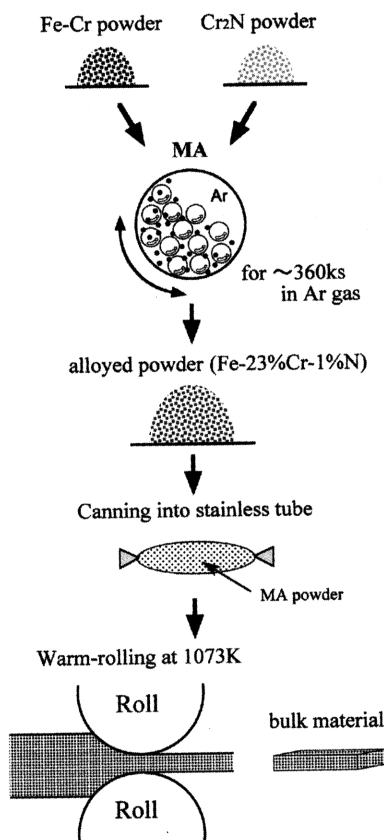


Fig. 1 Procedure for obtaining fine-grained high nitrogen steels.

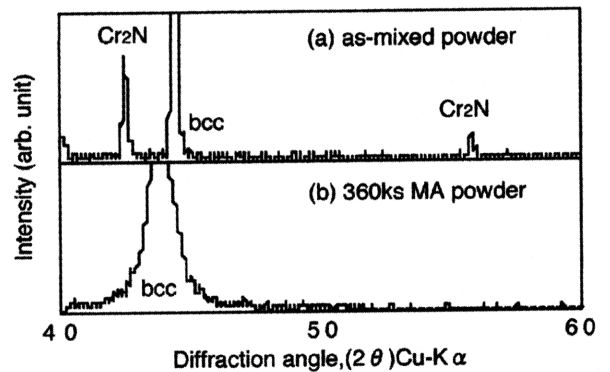


Fig. 2 X-ray diffraction patterns of as-mixed powder of Fe-Cr alloy powders and  $\text{Cr}_2\text{N}$  powder (a), and powder mechanically alloyed for 360ks.

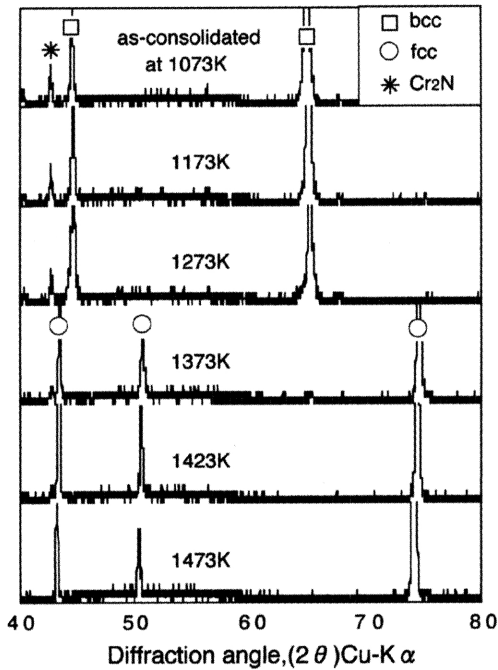


Fig. 3 X-ray diffraction patterns of bulk materials annealed at various temperatures (1173K-1473K), followed by water-cooling. The bulk materials were consolidated at 1073K.

に分級した後、 $\phi$  16 mm (肉厚 1 mm) の SUS304 製のパイプに真空封入し 1073 K で厚さ約 1.5 mm までクロス圧延することにより固化成形した。固化成形体は、幅 20 mm・長さ 40 mm の長方形の板状に切り出し、1173~1473 K の種々の温度に設定した 1 気圧の窒素ガス雰囲気炉に投入したのち、試料の温度が設定温度に達した段階で直ちに水冷した。得られた試料は、化学分析・組織観察・引張試験に供した。

## 2. 実験結果

Fig. 2 は、MA 処理前後の粉末の X 線回折パ

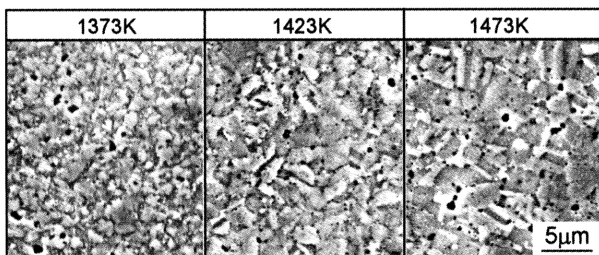


Fig. 4 Scanning electron micrographs of the developed steels. Heated to 1373K-1473K after consolidation at 1073K.

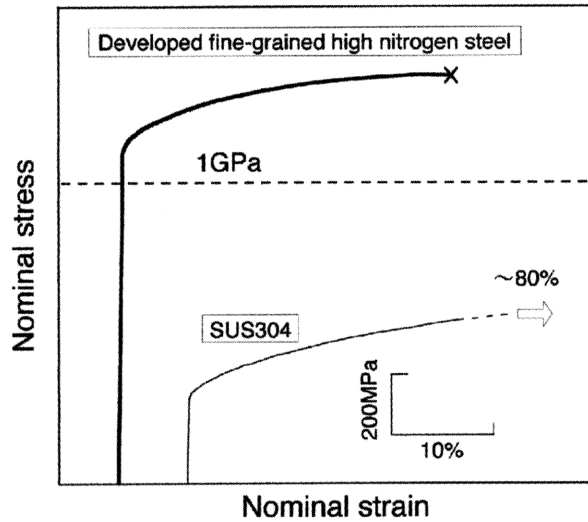


Fig. 5 Nominal stress-strain curves of the fine-grained high nitrogen steel and commercial SUS304.

ターンを示す。混合ままの粉末では Fe-Cr 粉に対応する bcc のピークと  $\text{Cr}_2\text{N}$  のピークが認められるが、360 ks の MA 処理後では bcc のピークのみとなり、そのピーク位置も低角度側へシフトしている。このことは、MA 処理で付与される莫大な機械的エネルギーによって  $\text{Cr}_2\text{N}$  が分解し、合金化が生じたことを示唆している。Fig. 3 は、MA 粉を 1073 K で固化成形した試料、および固化成形体を種々の温度 (1173~1473 K) まで加熱・水冷して得られた試料の X 線回折パターンを示す。固化成形ままおよび 1273 K 以下の加熱材では、bcc と  $\text{Cr}_2\text{N}$  のピークが観察されるのに対し、1373 K 以上の加熱材では、bcc のピークは見られず、fcc と  $\text{Cr}_2\text{N}$  のピークが観察される。すなわち、1373 K 以上に加熱すれば、冷却後に室温でも基地がオーステナイト組織のバルク材を得られることが分かる。これは、温度の上昇とともに固溶窒素量が増加し、窒素によるオーステナイト安定化作用が大きくなったことに起因する。化学分析により 1373 K, 1423 K, 1473 K 加熱材における固溶窒素濃度を測定した結果、それぞれ 0.53%, 0.68%, 0.86% であった。Fig. 4 は、各加熱材の SEM 組織を示す。組織中の黒い穴のように見える部分は腐食前には観察されなかったことから、気孔ではなく腐食によって脱落した析出物の跡と考えて良い。オーステナイト粒は加熱温度の上昇とともに成長しているものの、1473 K 加熱材においても 2.2

$\mu\text{m}$  という微細結晶粒の組織が維持されている。Fig.5 は、微細粒高窒素オーステナイト系ステンレス鋼の応力-歪曲線の一例として 1473 K 加熱材の結果を示す。比較材として、代表的なオーステナイト系ステンレス鋼である SUS 304 の結果も示している。微細粒高窒素オーステナイト系ステンレス鋼は SUS304 の約 4 倍大きな降伏強度を有しており、その値は 1.1 GPa に達する。また、強度だけでなく十分な延性も有しており、30% の全伸びが得られている。

### 3. 展 望

自動車用や建築用の構造材料の分野では、緻密な合金設計や組織制御により材料の機械的性質を正確に制御する技術がかなり進んでおり、用途に応じて様々な材料および製造プロセスが適用されている。それに対して生体用金属材料の分野では、使用実績が重視されるあまり、こうした材料開発に関する技術は未だ十分に活用されていないのが現状であろう。しかしながら、一般構造用に比べてより高い性能と信頼性が要求される分野であるからこそ、これまでに蓄積されてきた材料組織制御の技術を駆使して特性改善を図っていくべきであると感じる。今回紹介させていただいたメカニカルアロイング-固化成形プロセスによるニッケルフリーステンレス鋼の組織制御は一例にすぎないが、今後、様々な加工熱処理による生体用金属材料の特性改善に関する研究分野が発展していくことを期待する。