

技術論文

# 耐熱ガスケットの評価技術およびNSSC® 302BNの適用

## Evaluation Technology of Heat Resistant Gasket and Application of NSSC® 302BN

熊野尚仁\* 濱田尊仁 今川一成 奥 学  
Naohito KUMANO Takahito HAMADA Kazunari IMAKAWA Manabu OKU

### 抄 録

環境問題への対応から自動車分野では排ガス浄化システムが導入されており、それに伴い部品を接続する耐熱ガスケットの適用範囲が拡大している。中温環境下での耐熱ガスケット適用を目的に、新たなガスケット評価方法を開発し、ガスケット特性に及ぼす各種支配因子を評価した。ガスケット特性で重要な指標となるガスのリーク量は、高温へたり量とビード頭頂部変形を抑制することで低減することを明らかにした。700°C加熱後の耐リーク性を評価した結果、NSSC 302BN (20Cr-11Ni-1.7Si-Nb-N-REM) が優れており、中温域で適用されるガスケット材料として実用化されている。

### Abstract

In response to environmental issues, exhaust gas purification systems have been introduced in the automobile field. Along with its introduction, the application range of heat resistant gaskets for connecting parts has been expanding. We developed a new gasket evaluation method for the purpose of applying it to gaskets used under intermediate temperature environments, and various dominant factors which affect the gasket characteristics were evaluated. It became clear that the gas leakage amount used as an important indicator to understand the gasket characteristics was reduced by reducing the amount of high temperature degradation, and suppressing the deformation of the bead head. As a result of an evaluation of the leak resistance after the sample was heated at 700°C, the NSSC 302BN (20Cr-11Ni-1.7Si-Nb-N-REM) indicated excellent results. The NSSC 302BN is being applied practically as a gasket material to be used in the intermediate temperature range.

## 1. 緒 言

近年、自動車の世界的な普及により大気汚染や地球温暖化を防止する規制が強化されている。自動車の排ガスに含まれるNO<sub>x</sub> (窒素酸化物) およびPM (粒子状物質) などは、人体に有害な物質であり、これら排ガスの規制が強化されている<sup>1,2)</sup>。また、これと並行して温暖化対策を目的とした燃費改善とCO<sub>2</sub>の規制もますます厳しくなっている<sup>3)</sup>。

これらの排ガス規制に対応するため、自動車メーカーでは新規技術および追加部品の開発が進められている。例えば、ディーゼルエンジンに対しては、NO<sub>x</sub>低減を目的に排ガス再循環システム (EGR システム) が、また、燃費改善のためにターボチャージャーが搭載される車種が主流となりつつある<sup>2,4)</sup>。これに伴い、部品同士を接続するのに必要なフランジ材および金属シール材 (以下、ガスケットと記す) の使用が増加している。自動車用ガスケットは、約 850～


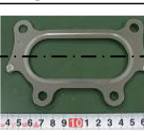
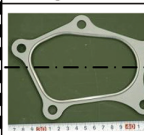
1050°Cの排ガスに曝されるため、ガスケット装着部位に推定される要求特性として、耐熱性があげられる。他方、エンジンブロックに接するシリンダヘッドガスケットおよびエキゾーストマニホールドガスケットは使用中に冷却されるため、耐熱性よりも高強度が要求される。

図1に市中期品を回収調査した各種ガスケットの外観、構造と適用材の一例を示す。低温域 (~500°C) のガスケットは、フルビードタイプのガスケットを1~2枚、材料は主に準安定オーステナイト系のSUS301 (17Cr-7Ni) HT材が適用されている<sup>5)</sup>。また、一部の車種にはフェライト+マルテンサイト複相組織を有するNSSC431DP-2 (16.5Cr-2Ni)<sup>6)</sup>が採用されており、低温域のガスケットは強度重視であるといえる。中温域 (500~700°C) のガスケットは、ハーフビードタイプのガスケットを4枚以下、材料は高N, Mn系のオーステナイト系ステンレス鋼が適用される<sup>7,8)</sup>。中温域のガスケットは常温よりも加熱時の高温強度が重視される。高温

\* 日鉄ステンレス(株) 製造本部 山口製造所 周南エリア 生産管理部 薄板管理室 主幹 山口県周南市野村南町 4976 〒746-8666

域 (700℃～) のガスケットは、グロメットタイプのガスケットを6枚以下、材料はNi基合金でγ'相の析出強化を利用したNCF625 (22Cr-9Mo-4Nb-0.2Ti-0.2Al-Ni) が適用される。高温域のガスケットは耐熱性重視である。本研究では、耐熱用ステンレス鋼の適用を目的として、ターゲット分野を500～700℃で適用される中温域用ガスケットとした。

日鉄ステンレス(株)では、中温環境下でのガスケット特性を評価するため、新たなガスケット評価方法を開発した。すなわち、従来、材料に求められるのは耐へたり性を確保するための材料強度が中心であったが、本来ガスケット部材に要求される耐リーク性を材質、形状および表面形態から検討できるように、ラボで評価する技術を確認した。この評価方法をもとに、ガスケットに必要な特性を検討し、素材提案を行うに至った。本稿では、評価方法とそれに基づく提案材料 (NSSC302BN : 20Cr-11Ni-1.7Si-Nb-N-REM)<sup>9)</sup>を紹介する。

	Low temperature range (~500℃)	Medium temperature range (500~700℃)	High temperature range (700℃~)
Structure			
Cross section	Full bead	Half bead	Grommet
Number of layers	1~2	~4	~6
Applicable material	SUS301 NSSC 431DP-2 (α+M phase)	γ-SUS (high N, Mn)	NCF625 (γ' phase)

⋯⋯ : target

図1 各種ガスケットの外観、構造と適用材の一例  
External appearance and structure of various gaskets and example of applicable material

## 2. 供試材および実験方法

### 2.1 供試材

表1に供試材の化学成分を示す。候補材の選定にあたり、採用実績のあるガスケット材料に対し、同程度の高温強度を有するNSSC 302BN, NSSC S-4 (17Cr-15Mn-N)と耐高温酸化特性を有するNSSC ER-1 (19Cr-13Ni-3.3Si-Nb)を選定した。比較材には低温域ガスケット材のSUS301およびSUS301と500℃までの軟化特性が類似するNSSC 431DP-2を用いた。なお、NSSC 302BNは材質の影響を確認するため焼鈍材および圧延材を用い、NSSC 431DP-2は採用実績のある複相組織熱処理材を供した。それ以外の鋼種は圧延率40～60%の圧延材を用いた。

### 2.2 実験方法

図2にガスケット特性の評価方法を示す。評価指標として、ビード成形部の変形度を示すへたり量とガスケットシール部からのガス漏れを示すリーク量の測定を実施した。ガスケット評価での影響因子として、ガスケット形状の影響および残存ビード高さ(締付け力)の影響を検討し、事前条件を以下とした。ガスケット評価に供する試験片は、板厚0.25mm、外径50mm、内径30mmのリング状の平板試験片を約500μm高さのフルビードタイプ(山型形状)のガ

表1 供試材の化学成分  
Chemical composition of sample material

	(mass%)							
	C	Si	Mn	Ni	Cr	N	Nb	REM
NSSC 302BN	0.06	1.7	1.1	11.0	20.0	0.15	0.1	Addition
NSSC ER-1	0.04	3.3	0.8	13.1	18.7	0.01	0.1	-
NSSC S-4	0.17	0.4	14.6	1.3	17.3	0.44	-	-
SUS301	0.10	0.7	0.9	6.9	16.9	0.06	-	-
NSSC 431DP-2	0.06	0.5	0.3	1.9	16.3	0.01	-	-

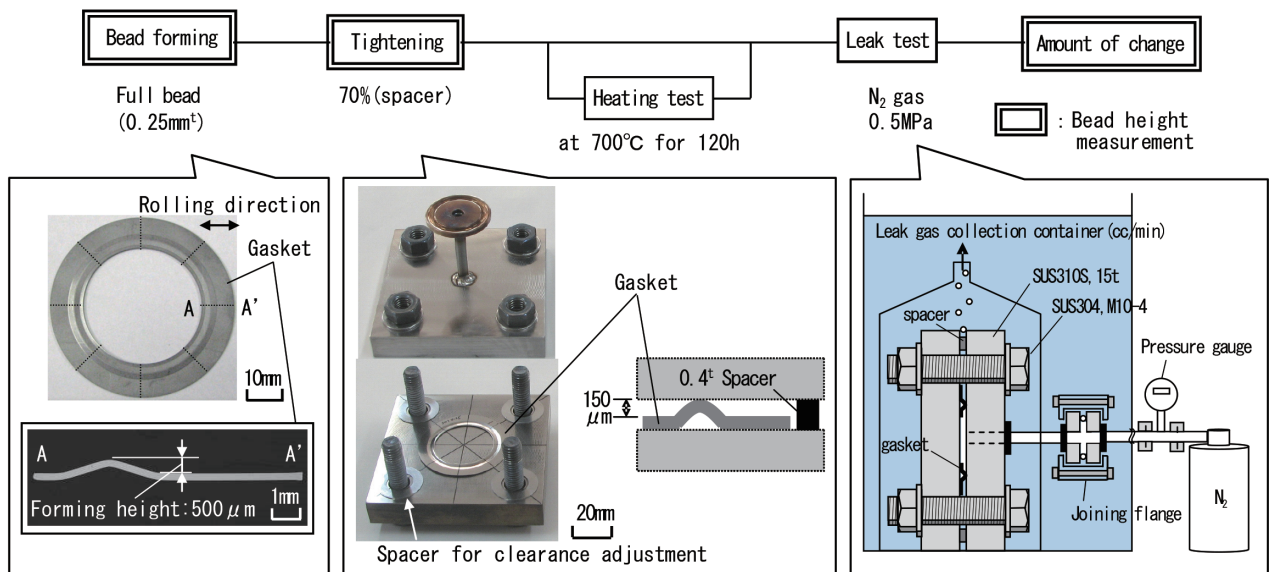


図2 ガスケット特性の評価方法  
Evaluation method of gasket characteristics

スケットにビード成形した。この成形したガスケット試験片を2枚の拘束板 (SUS310S, 15mm) の間にセットし、SUS304 製の M10 ボルト 4 本にて各 15N・m のトルクでガスケットを締付けた。その際、締付け力の均等化を図るため、締付けボルトにリング状の隙間調整用のスペーサー (SUS310S, 0.4mm) を挿入し、締付率を70%とした。その後、常温での締付けの影響を把握するため、ボルト締付け状態でリーク試験を実施した。一方、加熱の影響を把握するため、700℃、120h 加熱を施した後にリーク試験を実施した。なお、加熱温度はターゲットとする中温域用ガスケットの上限温度とした。

リーク試験は、拘束治具ごと水中浸漬させる方法で行い、700℃加熱評価材は常温まで冷却させた後に試験を実施した。リーク量測定用のガスには窒素ガスを用い、0.5MPa の圧力で導入させた時にガスケットシール部から漏れ出す気泡を一定時間捕集することでリーク量 (cc/min) を求めた。その後、拘束治具からガスケットを取出し、マイクロメータを用い、円周方向8か所のビード高さを測定した。なお、ビード高さは、ビード成形後に加え、ボルト締付け後および加熱後にも治具を外して測定した。ビード成形から拘束板でのボルト締付け工程までを常温へたり量、ボルト締付けから700℃加熱試験までを高温へたり量とした。

### 3. 結果および考察

#### 3.1 各種ステンレス鋼の耐へたり性および耐リーク性

加熱条件を700℃、120hに設定し、ガスケット評価した各工程後の残存ビード高さの一例を図3に示す。評価材は同程度の高温強度を有するオーステナイト系ステンレス鋼の3鋼種と SUS301 および NSSC 431DP-2 を比較材として用いた。初期のビード高さは500μm程度に加工したが、スプリングバックによりビード成形後の高さに差が認められる。常温強度の高い鋼種ほどビード成形高さは低くなり、ビード高さは400~450μm程度であった。ボルト締付け後

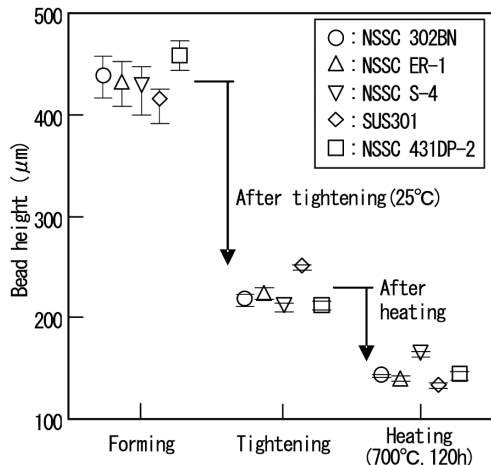


図3 各工程後の残存ビード高さ  
Height of residual bead after each process

のビード高さはスペーサー高さよりも高い200~250μm程度であり、SUS301が最も高い。これは、マルテンサイト相の生成により室温で強度が高くなるため、ビードを締付けても変形しにくく、ビードが高くなる。一方、700℃、120h加熱後のビード高さはスペーサー高さに近い150μm程度であり、ボルト締付け後にビードが高いSUS301が最も低い。700℃では加工組織およびマルテンサイト相の分解により、強度はSUS301が最も低く、オーステナイト系ステンレス鋼の中ではNSSC S-4, NSSC 302BN, NSSC ER-1の順であり、概ねN添加量で高温強度が整理できると推察する。

これら工程間のビード高さの差分である、各鋼のへたり量測定結果を図4に示す。図中の下側、すなわち、各工程間のへたり量が小さいほど耐へたり性に優れ、いずれの鋼種も高温へたり量に比べ常温へたり量の方が大きい傾向を示した。図5に各工程間のリーク量測定結果を示す。常温締付け後のリーク量はいずれの鋼種も50cc/min以下であ

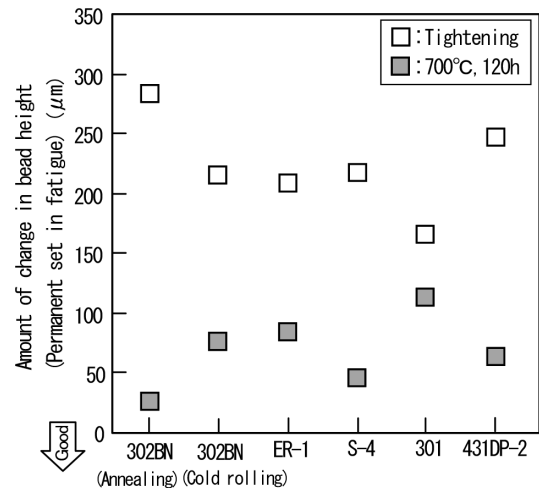


図4 各鋼のへたり量測定結果  
Measurement results of degradation amount of each steel

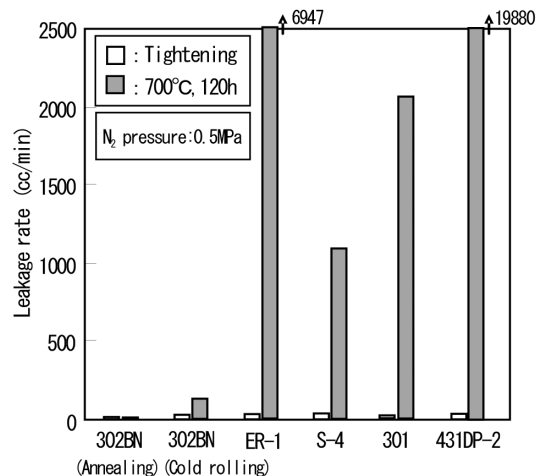


図5 各工程間のリーク量測定結果  
Measurement results of leakage amount between each process

り、顕著な差異は認められない。一方、700℃、120h加熱後のリーク量はボルト締付け後に比べてリーク量が増加する傾向にあり、特に、NSSC 431DP-2は他鋼に比べリーク量が多かった。そこで、リーク量の最も多いNSSC 431DP-2とNSSC 302BNよりも高温へたり量は小さいが、リーク量が多い、NSSC S-4を選定し、比較調査した。

図6には700℃加熱後のビード頭頂部形状を示す。ビード頭頂部の3D形状では、頭頂部高さが最高高さに対して7μm以内のフラットな部分の範囲(図中の白色点線部)がNSSCS-4よりもNSSC 431DP-2の方が広く、ビード頭頂部の変形が大きい。これは、加熱による素材の強度低下に起因した変形によるものと考えられる。詳細は後述するが、強度低下の差分であるΔHV(素材硬さから700℃、120h加熱後の硬さの差分)が大きい程、ビード頭頂部の変形が大きい傾向にあった。一方、触針式の表面粗さ計で700℃加熱前後のビード形状を測定した結果では、図中に矢印で示すようにNSSC 431DP-2は加熱による落込みがNSSCS-4よりも大きい。NSSCS-4は冷間圧延起因と推定される延性低下によりビード頭頂部の表面荒れが確認される。そのため、中温域用のガスケット材料としては、高温強度の高い焼鈍材が適材と考えられる。一方、実部品ではガスケット組み込み時の初期締付け力が重要であり、締付け力の大きいガスケットの場合、焼鈍材では強度不足となる可能性がある。以上のスクリーニング結果より、耐へたり性および耐リーク性を兼備するNSSC 302BNの圧延材を推奨材として選定した。

### 3.2 耐リーク性に及ぼす材料因子の影響

中温域で適用可能なガスケット材料を明確化するため、ガスケット特性に及ぼす各種支配因子を把握することが重要となる。

前節でリーク量は高温へたり量とビード頭頂部の変形、粗さに影響されること、高温へたり量は必ずしも高温強度

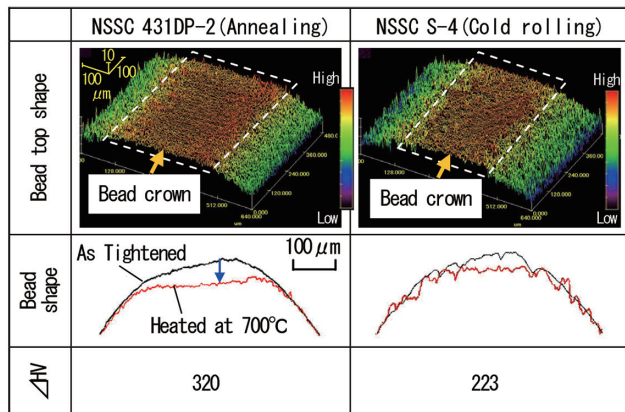


図6 700℃加熱後のビード頭頂部形状  
(ΔHV: 素材 HV-700℃, 120h 加熱後 HV)  
Bead head shape after heated at 700℃  
(ΔHV: material hardness-hardness after heating)

や時効後の常温硬さで整理できないことを述べた。本節では、素材の材料因子を明確化するため、加工硬化の影響および結晶粒径の影響を検討した。なお、評価材はNSSC 302BNに限定した。

#### 3.2.1 加工硬化の影響(焼鈍材, 20%および40%圧延材)

仕上圧延率を20%および40%で製造した材料を用いて評価した。また、参考として焼鈍材(0%圧延材)を供試材に加えた。図7に圧延率を変化させたNSSC 302BNの金属組織および表面硬さを示す。40%程度の圧延付与により伸展粒が認められ、表面硬度は焼鈍材(0%圧延材)がHV218, 20%圧延材がHV329, 40%圧延材がHV393であった。

図8に700℃、120h加熱後の高温へたり量とリーク量の関係を示す。高温へたり量とリーク量に相関関係が認められ、圧延率が低い供試材ほど高温へたり量が少なく、耐リーク性に優れた。これは、ガスケット成形前に圧延によって常温強度を高めても、中温域ガスケットの耐リーク性は改善されず、むしろ悪化することを示唆している。

図9に700℃、120h加熱後のΔHVと高温へたり量の関係を示す。なお、ΔHVは供試材の常温硬さと700℃、

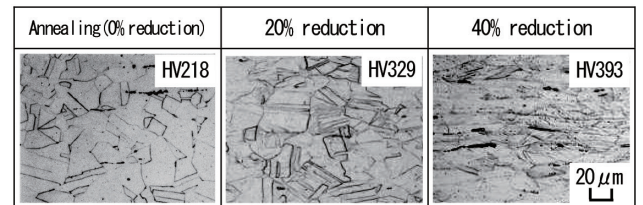


図7 圧延率を変化させたNSSC 302BNの金属組織および表面硬さ

Metallographic structure and surface hardness of NSSC 302BN with varying rolling ratio

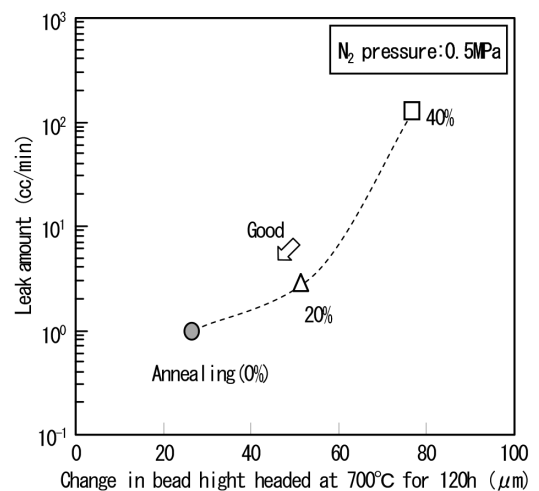


図8 700℃加熱後の高温へたり量とリーク量の関係  
Relationship between amount of high temperature degradation and leakage amount after heating at 700℃ for 120 hours

120h 加熱後の常温硬さの差である。加熱前後の硬度差が小さい供試材ほど高温へたり量が少ない傾向にあり、図8の関係性に鑑みて、リーク量へ加熱前後の硬度差が大きく影響することが認められた。

### 3.2.2 圧延前結晶粒径の影響

評価材は仕上圧延率 40%程度に設定し、圧延前の結晶粒径を調整した2条件の供試材を用いて評価した。図10に仕上圧延材の逆極点図方位マップ (IPF マップ) および表面硬さを示す。初期の強度を可能な限り揃えるため焼鈍条件を調整した。細粒材の平均結晶粒径は 6.6 $\mu\text{m}$ 、表面硬さは HV393、微細粒材の平均結晶粒径は 2.5 $\mu\text{m}$ 、表面硬さは HV401 とした。

表2に700 $^{\circ}\text{C}$ 、120h 加熱前後の硬さ変化とガスケット特

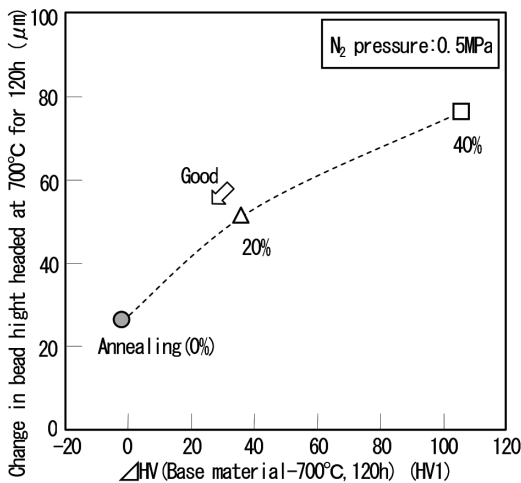


図9 700 $^{\circ}\text{C}$ 加熱後の $\Delta\text{HV}$ と高温へたり量の関係  
Relationship between  $\Delta\text{HV}$  and amount of high temperature degradation after heating at 700 $^{\circ}\text{C}$  for 120 hours

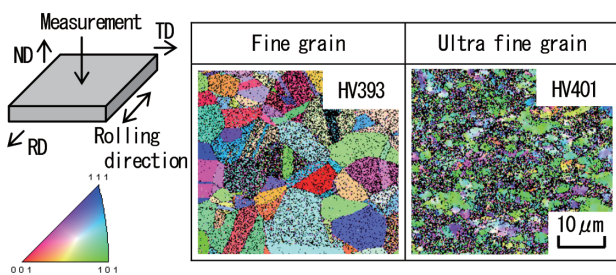


図10 仕上圧延材の逆極点図方位マップ (IPF マップ) および表面硬さ測定結果  
Inverse pole figure map (IPF map) and surface hardness of finished rolled material

表2 700 $^{\circ}\text{C}$ 、120h 加熱前後の硬さ変化とガスケット特性  
Hardness change before and after heated at 700 $^{\circ}\text{C}$  for 120 hours and gasket characteristics

Grain	Grain size	HV (material)	HV (700 $^{\circ}\text{C}$ , 120h)	$\Delta\text{HV}$	Leakage rate
Fine	6.6	393	287	106	126
Ultra Fine	2.5	401	310	91	$\geq 10000$

性を示す。素材強度の高い微細粒材は700 $^{\circ}\text{C}$ 、120h 加熱後の $\Delta\text{HV}$ が細粒材よりもHV15小さいが、リーク量が大幅に増加した。すなわち、微細粒材の方が加熱によって強度が低下しやすいと推定されたが、必ずしも $\Delta\text{HV}$ で整理できないことが明らかとなった。詳細は後述するが、ビードの落ち込みによる変形を生じたのは、NSSC 302BNの微細粒材および図6で説明したNSSC 431DP-2のみであり、両鋼には結晶粒径が細かいという特徴がある。そのため、ビード頭頂部の変形にクリープ変形が関与しているものと推察される。そこで、考察のため高温でのへたり量は昇温から均熱開始過程においてほぼ完了している可能性があり、短時間で評価可能なクリープ試験を実施した。細粒材と微細粒材の硬さは、それぞれHV393とHV401であり、面圧はほぼ同程度と仮定して反力の影響として、クリープ変形を評価した。図11にクリープ試験方法およびクリープ伸び値と断面組織を示す。評価は加熱炉内に設置した試験片を無負荷の状態から室温から900 $^{\circ}\text{C}$ まで15分間で昇温した後、均熱開始と同時に耐力値直下の40MPaを2分間負荷させた際の評点間のクリープ伸びと中心部の断面組織を調査した。細粒材のクリープ伸び値は0.6%であるのに対し、微細粒材のクリープ伸び値はそれよりも大きい4.4%であった。細粒材および微細粒材ともに圧延率を40%に統一しており、クリープ試験中に粒成長していないことを確認したことから、ビード頭頂部の変形には圧延前結晶粒径の影響が関与しているものと示唆される。

### 3.3 700 $^{\circ}\text{C}$ 加熱前後の表面形状の影響

図12に加工硬化の影響および結晶粒径の影響で供した、700 $^{\circ}\text{C}$ 加熱前後のビード頭頂部の外観および形状を示す。

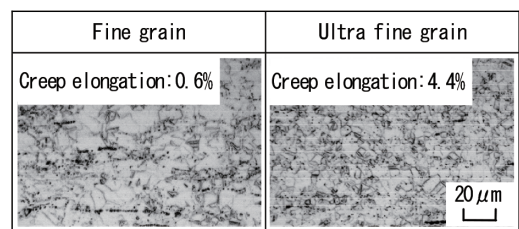
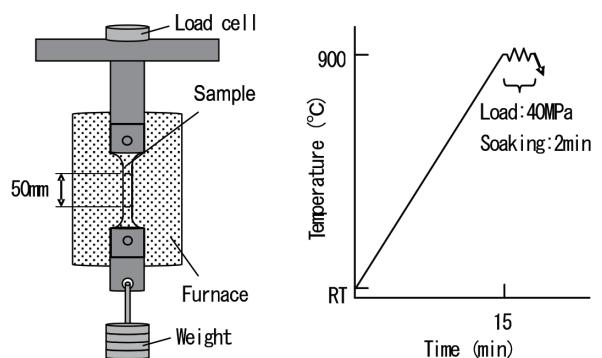


図11 クリープ試験方法およびクリープ伸び値と断面組織  
Creep test method and creep elongation value and cross-sectional structure

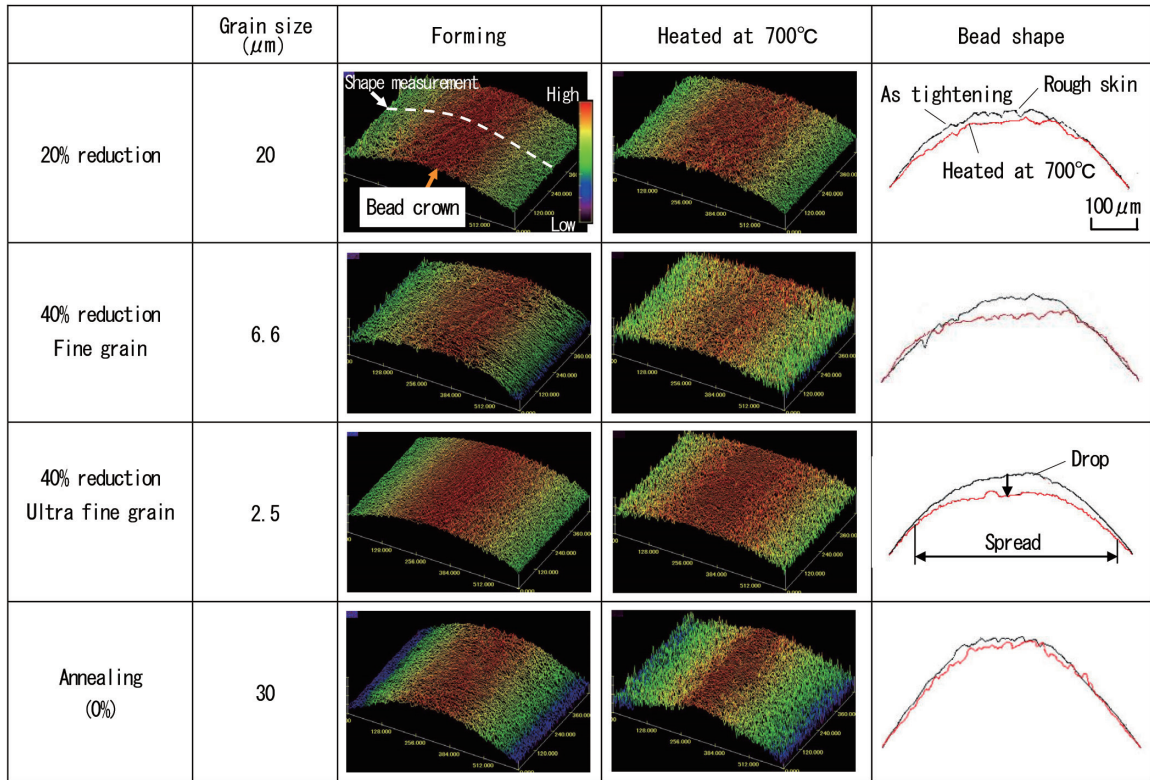


図 12 700°C, 120h 加熱前後のビード頭頂部形状  
Bead head shape before and after heated at 700°C for 120 hours

ビード締付け後の肌荒れは素材の結晶粒径が大きい供試材ほど荒れており、常温締付け後のリーク量に影響を及ぼすものと推察される。また、ビード締付け後の肌荒れは700°C, 120h 加熱後までその状態を維持する。一方、700°C 加熱前後のビード頭頂部の落込みおよび広がり、圧延率が高い、結晶粒径が小さい供試材ほど顕著であり、加熱後のリーク量が増大したと推察される。

### 3.4 ガスケット特性に影響する支配因子

以上の結果より、前述するガスケット特性に影響する因子として、常温締付け時にビード部にかかる面圧とその面圧が加熱時に反力となる2つの応力バランスに結晶粒径の影響が関与した可能性があり、これらの作用を以下に考察した。

図 13 に一例として、高強度材を想定した高加工材および微細粒材、低強度材を想定した低加工材（焼鈍材）および細粒材の700°C加熱評価における面圧と反力の模式図を示す。

これまで、評価手法として採用されてきた高温強度や加熱後の硬さでは、必ずしも耐リーク性を正確に評価できないことが明らかとなった。その理由は、締付け時に材料に加わる力（高温加熱時のクリープ応力に相当）が材料によって異なるためである。加えて、材料に加わる力に対する抵抗力（材料の中温強度、クリープ強度に相当）が材料によって異なるためである。簡易的な指標として、△HV（素材硬

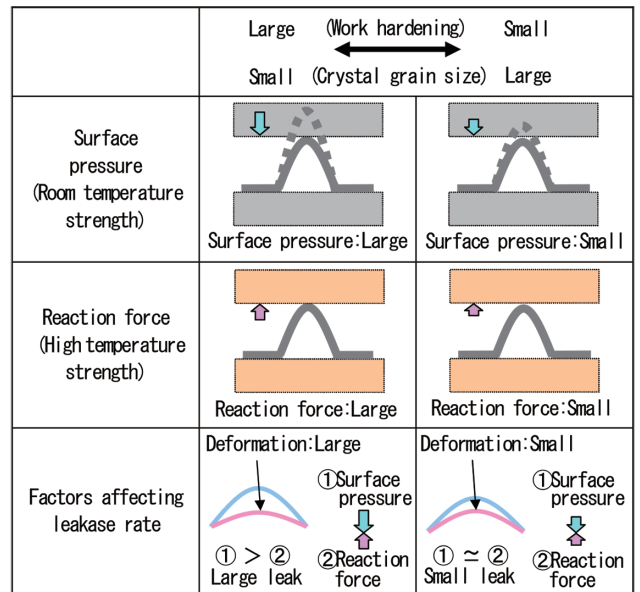


図 13 700°C加熱評価における面圧と反力の模式図  
Schematic of surface pressure and reaction force in 700°C heating evaluation

さ-700°C, 120h 加熱後の硬さ)を適用すると△HVが小さいほどリーク量が少なくなることが明らかとなった。その他の要因として、リーク性に直接影響するビード頭頂部の陥没や肌荒れも抑制する必要がある。

## 4. 結 言

中温域で適用可能なガスケット材料を把握するため、提

案材料のNSSC 302BNを用いてガスケット特性に及ぼす各種支配因子を調査した。また、ガスケット特性を把握するうえで重要な指標となる、高温へたり量とビード頭頂部の形状に着目することで中温域で適用可能な材料指針を得た。

- (1) 700℃加熱後の残存ビード高さは、常温強度が高い、高加工材および微細粒材ほど低くなる。
- (2) 700℃加熱後のへたり量とリーク量の関係は、高温へたり性が良好な鋼種ほど、リーク量が少ない傾向にある。
- (3) 700℃加熱後のビード形状は、高温へたり性に劣る鋼種および結晶粒径が小さい鋼種ほど、ビード頭頂部の落込みや広がり認められた。また、ガスケット成形時の肌荒れは加熱後もその形状を維持していた。
- (4) 以上の検討結果をもとに開発したNSSC 302BNはガスケットへの加工性と実環境を想定した実機耐久評価において良好な特性を有していることから、中温域で適用されるガスケット材料として採用されている。

## 参照文献

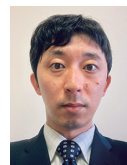
- 1) 東京都 粒状物質減少装置指定要綱. 2001
- 2) 大迫雄志, 陣内靖明, 佐俣章, 鈴木浩, 茨城誠一, 林慎之: 三菱重工技報. 43, 31 (2006)
- 3) 経済産業省 白書: 第7回クリーンディーゼル乗用車の普及・将来見通しに関する検討会. 2005
- 4) 村田豊, 草鹿仁, 大聖泰弘: 自動車技術会シンポジウム. 6 (19), 32 (2007)
- 5) 安達和彦, 中山英介, 渋谷将行, 福村雄一, 藤澤一芳, 栗田篤: 新日鉄住金技報. (396), 92 (2013)
- 6) 藤本廣, 井川孝, 宮楠克久: 日新製鋼技報. (74), 77 (1996)
- 7) 山本晋也, 西山佳孝, 福村雄一: 新日鉄住金技報. (396), 99 (2013)
- 8) 濱野修次, 古賀猛, 清水哲也, 桂井隆, 西山忠夫: 電気製鋼. 75 (2), 77 (2004)
- 9) 奥学, 平松直人, 名越敏郎, 植松美博: 日新製鋼技報. 77, 47 (1998)



熊野尚仁 Naohito KUMANO  
日鉄ステンレス(株)  
製造本部 山口製造所 周南エリア  
生産管理部 薄板管理室 主幹  
山口県周南市野村南町4976 〒746-8666



濱田尊仁 Takahito HAMADA  
日鉄ステンレス(株)  
研究センター 薄板・自動車材料研究部  
研究員



今川一成 Kazunari IMAKAWA  
日本製鉄(株)  
技術開発本部 鉄鋼研究所  
材料信頼性研究部 主幹研究員



奥学 Manabu OKU  
日鉄ステンレス(株)  
研究センター 機能創製研究部  
部長 上席主幹研究員