



特集記事・8

鉄鋼材料を活かすナノ組織制御技術

ガス窒化による表面硬化層の微細構造と処理温度の影響

Microstructure of Gas Nitrided Surface Layer and Effect of Nitriding Temperature

石川信行
Nobuyuki Ishikawa

JFEスチール(株)
スチール研究所 主任研究員

1 はじめに

窒化処理は熱処理歪みが小さく、そして全表面を均一に硬化できることから、自動車用歯車等従来の浸炭処理の代替としてその適用範囲が広がっている¹⁾。しかし、窒化処理は硬化層深さが浅いため長時間の処理が必要となることから、より迅速に窒化処理可能な鋼材または窒化処理方法の開発が望まれている。これまで窒化特性に及ぼす合金元素の影響については数多くの研究があるが^{2,3)}、基本となる窒化処理温度の影響に関しては系統的な研究がなされていない。また、窒化処理による硬化メカニズムに関しては、析出硬化^{4,5)}やGPゾーン*の形成⁶⁾等の要因が考えられているが実用鋼の硬化メカニズムに関しては不明な点が多い。

本報告では、窒化用鋼として広く用いているJIS SACM645を用いて窒化層の微細構造を調査し、硬化に対してナノサイズの窒化物の整合析出が大きく寄与していることを解明した。そして、析出硬化を有効に活用した迅速窒化方法に関して報告する。

2 窒化特性と窒化層の微細構造

2.1 実験方法

供試鋼はTable.1に示す化学成分を有するJIS SACM645を用いた。焼入れ焼戻し処理を行った後、 $N_2 : NH_3 : CO_2 = 1 : 1 : 0.07$ の雰囲気からなるガス窒化処理を行っ

Table.1 Chemical composition of the steel

(mass%)								
steel	C	Si	Mn	P	S	Al	Cr	Mo
SACM645	0.46	0.21	0.37	0.010	0.013	0.95	1.50	0.16

た。窒化条件は、510～620℃の一定温度で20時間の処理を行った。

窒化処理後の供試鋼は、硬さ分布測定、EMPAによる窒素濃度分布測定を行うと共に、表面下約50 μ mの位置から薄膜試料を採取し電界放出型透過電子顕微鏡 (FE-TEM) による像観察、電子線回折及び元素分析を行った。

2.2 窒化特性に及ぼす処理温度の影響

Fig.1に510℃、580℃及び620℃の一定温度で20時間の窒化処理を行ったときの窒化層の硬度分布を示す。510℃の窒化では表面硬度は1100HV以上と非常に硬化しているが硬化深さ(420HVになる深さ)は浅い。一方、620℃では硬化深さは深くなっているが、表面硬度は逆に低下している。また、この時の窒化層の窒素濃度分布をFig.2に示す。窒化温度が高いほど窒素がより内部まで拡散しているが、これは窒素の拡散が速くなるためと考えられ、高温ほど硬化深さが深

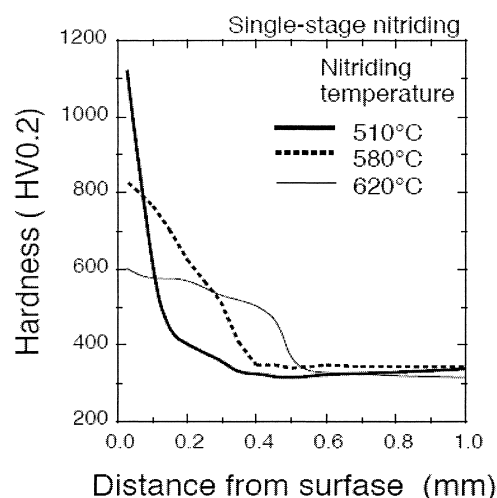


Fig.1 Hardness profiles of nitrided layer

* 析出の中間段階で生成する数原子層の円盤状の相で、母相に対して整合性を持って析出する。

くなることに対応している。しかし、表層部での窒素濃度は温度に寄らずほぼ一定となっている。

表層部では窒素濃度が同程度であるにもかかわらず硬さに差があることから、窒化温度により窒化層の微細組織に変化が生じていることが予想される。そこで、これらの窒化処理剤の表層部から薄膜試料を採取し、透過電子顕微鏡による観察を行った。

2.3 窒化層の透過電子顕微鏡観察結果

Fig.3に窒化層の明視野像を示す。510℃の窒化処理材で

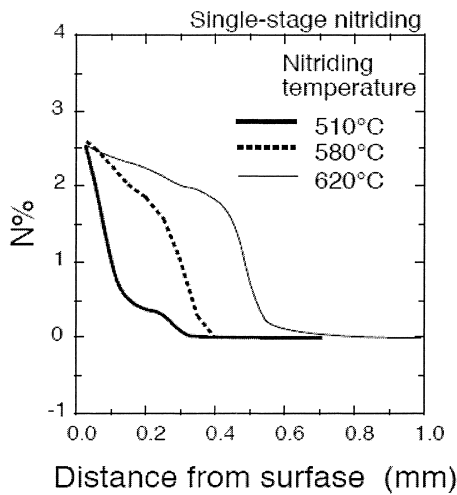


Fig.2 Nitrogen concentration profiles of nitrided layer

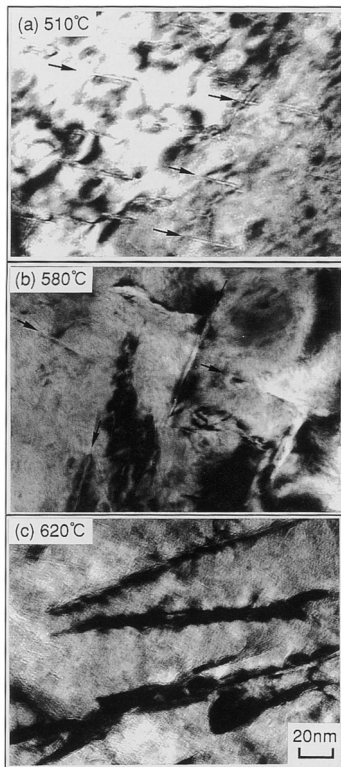


Fig.3 TEM microphotographs of the surface layer nitrided at (a) 510°C, (b) 580°C and (c) 620°C

は針状の幅約2nm、長さ約20nmの微細析出物が高密度に観察されており、析出物の周囲には歪み場によると考えられるコントラストが現れている。また580℃及び620℃の窒化材においても析出物が観察されているが、析出物の大きさは窒化温度が高くなるほど大きくなっている。

Fig.4は620℃窒化材の析出物から測定した制限視野電子回折像であるが、これから析出物は面心立方構造を有していることがわかる。また、元素分析の結果、析出物ではAlとCrの濃化が認められた。Fig.5は580℃窒化材で観察された析出物を含む領域で測定した制限視野電子回折像である。多

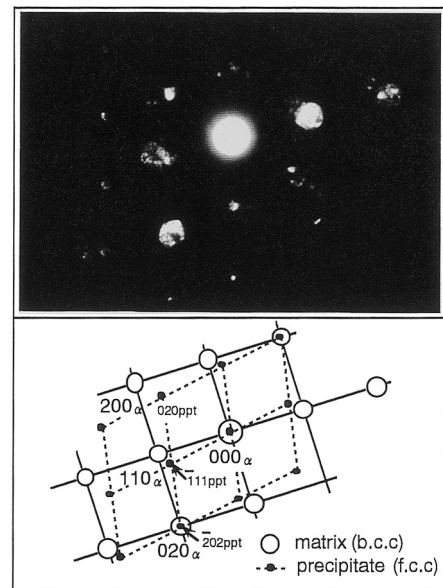


Fig.4 Electron diffraction pattern of the surface layer nitrided at 610℃

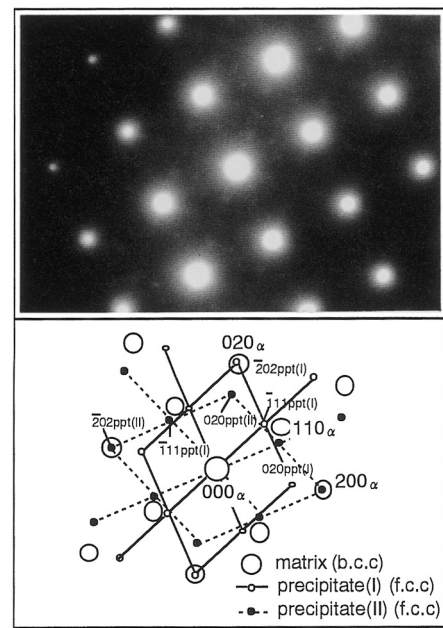


Fig.5 Electron diffraction pattern of the surface layer nitrided at 580℃

重仮説による反射もあり複雑な回折図形を示しているが、析出物は620℃窒化材と同様に面心立方構造を有しており、母相に対して二つのバリエーションを持って整合析出している。母相と析出相の間には、(001) 母相// (110) 析出物、[100] 母相// [110] 析出物の方位関係があることがわかる。また、窒化温度が高くなると析出物が大きくなると同時に、母相との整合性も低くなっている。

以上のように、SACM645の窒化層にはCrとAlを含む面心立方構造の析出物が観察された。CrとAlの複合窒化物の報告はないが、面心立方構造のCrNとAlNは存在し格子定数がそれぞれ4.140 Å、4.120 Åであり格子定数が近いことから、(Al,Cr) Nの複合窒化物の形態で存在している可能性が高い。窒化処理による硬化機構に関しては、窒化物の析出やGPゾーンの形成などの報告がある。510℃窒化材で見られた析出物は周囲に大きな格子歪みを生じており、GPゾーンと形態が類似している。しかし、後述するように510℃で窒化後、620℃に温度を高めても硬度の低下が見られないことから、窒化相で見られた析出物は中間層であるGPゾーンではなく、熱的に安定な平衡相であることが推察される。このようにSACM645鋼の窒化処理による硬化は、大きな整合歪みを伴った微細な (Al,Cr) N 複合窒化物の析出によると考えられる。

3 窒化特性に及ぼす 温度プロファイルの影響

前章で示したように、一定温度の窒化処理では、表面硬度と硬化層深さが共に大きな物は得られない。そこで、Fig.6に示した3条件で再度窒化試験を行い、温度プロファイルの影響を調査した。ここで、(a) は580℃での一段窒化法、(b) は510℃で窒化した後、620℃でさらに窒化する二段窒化法、そして (c) は510℃で窒化を開始し620℃までを連続的に昇温する方法であり、以降傾斜窒化法と呼ぶ。

Fig.7に3種類の温度パターンでの窒化層の硬さ分布を示す。二段窒化法では表面硬度は高いが硬化層深さが不足しており、一段窒化法では硬化層深さは深くなるが表面硬度が低い。これに対して、傾斜窒化法では表面硬度、硬化層深さに優れていることが明らかである。

窒化層の窒素濃度分布をFig.8に示す。表層部の窒素濃度

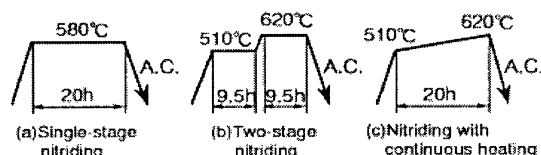


Fig.6 Nitriding conditions

は窒化方法によって大きく変化はしていないが、二段窒化法では他に比べ内部への窒素の拡散距離が小さくなっておりそのため十分な硬化層深さが得られなかったと考えられる。一方、傾斜窒化法では連続的に昇温する過程で窒素が十分に内部まで拡散するため深い硬化層深さが得られたと考えられる。

Fig.7に示したように、傾斜窒化法と二段窒化法は共に高い表面硬度が得られているが、これは低温域で窒化を開始しているため表面硬度が高くなったと考えられる。ここで、二段窒化及び傾斜窒化において中間段階で窒化処理を終了したときの硬度分布をFig.9に示す。二段窒化、傾斜窒化共に窒化の初期の段階で高い表面硬度が得られており、その後の昇温で表面硬度は変化していない。これは、低温域で生成した (Al,Cr) N 複合窒化物は熱的に安定な相であり、その後温度が上昇しても窒化物の形態が保たれるために硬度の低下が起こらなかったと考えられる。

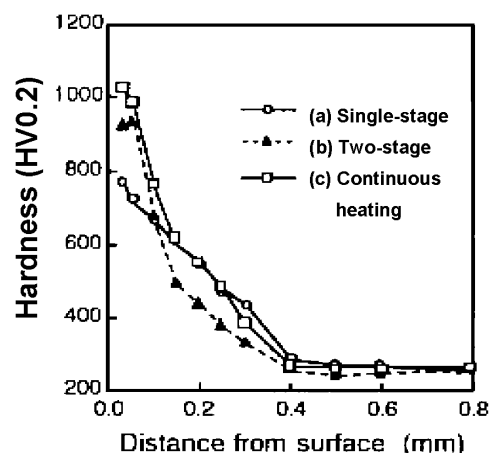


Fig.7 Hardness profiles of nitrided layer

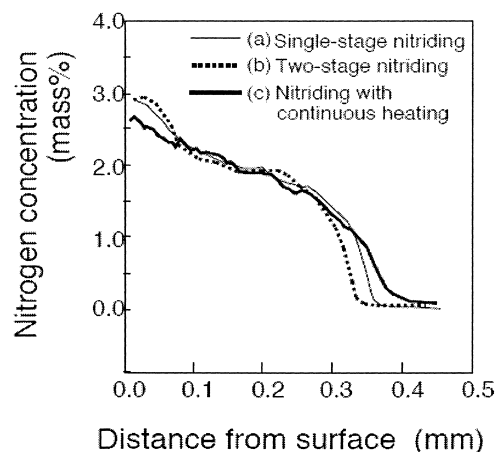


Fig.8 Nitrogen concentration profiles of nitrided layer

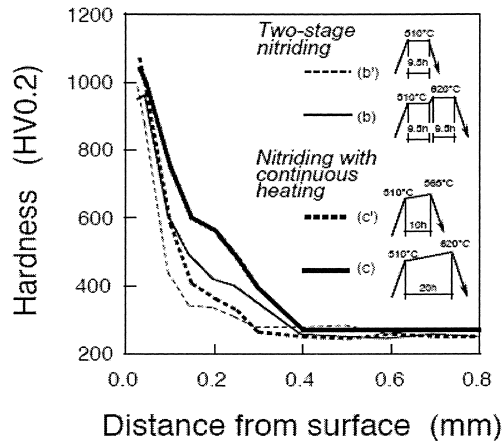


Fig.9 Effect of intermediate stage of nitriding on hardness profiles

4 おわりに

本研究では、SACM645を用いて窒化特性に及ぼす窒化温度の影響を硬化層の微細構造との関係から調査した。窒化層では (Al,Cr) N 複合窒化物が観察され、510℃の窒化温度ではナノメートルサイズの微細でかつ整合歪みを伴った析出物

により、1000HV以上の表層硬度が得られることが示された。そして、高い表層硬度を維持しつつ深い硬化層を得るためには、510℃程度の低温域で窒化を開始し、その後連続的に620℃程度まで昇温する傾斜窒化法が有効であることが示された。

参考文献

- 1) 三輪能久, 柴田伸也, 岡崎健, 相原賢治, 神原進: 日本金属学会会報, 31 (1992), 339.
- 2) 磯川憲二, 渡辺敏幸: 熱処理, 15 (1975), 133.
- 3) 阿部吉彦, 岩崎忠雄: 三菱製鋼技報, 15 (1981), 46.
- 4) H.H. Podgurski and H.E. Knechtel: Trans. Metall. Soc. AIME, 245 (1969), 1595.
- 5) 神原進, 大谷泰夫, 塚本孝: 日本熱処理技術協会講演大会講演概要集, 20 (1985), 1.
- 6) J.H. Driver, D.C. Unthank and K.H. Jack: Phil. Mag., 26 (1972), 1227.

(2007年9月19日受付)