

## 低合金鋼の窒化組織形成と表面硬化に関する研究

著者	富尾 悠索
号	53
学位授与番号	4145
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10097/42559">http://hdl.handle.net/10097/42559</a>

	とみ お ゆ う さ く
氏 名	富 尾 悠 索
授 与 学 位	博士 (工学)
学位授与年月日	平成21年3月25日
学位授与の根拠法規	学位規則第4条第1項
研究科, 専攻の名称	東北大学大学院工学研究科 (博士課程) 金属フロンティア工学専攻
学位論文題目	低合金鋼の窒化組織形成と表面硬化に関する研究
指 導 教 員	東北大学教授 古原 忠
論 文 審 査 委 員	主査 東北大学教授 古原 忠      東北大学教授 石田 清仁 東北大学教授 丸山 公一      東北大学教授 今野 豊彦

## 論 文 内 容 要 旨

低合金鋼に対する窒化処理は、工業的に広く用いられている表面硬化処理のひとつであり、高い表面硬度と高い耐熱性を持った硬化層が小さな熱処理歪で得られる、他の熱処理にはない優れた特徴を兼ね備えた方法である。昨今の機械材料部品の高強度化、高精度化に伴い、その利用に大きな注目が寄せられている。窒化処理は強力な窒化物生成元素を含む鋼に対し、部材表面より窒素を内部に拡散浸透させ、母相中に硬質な窒化物を均一微細に析出させる析出強化により部材表面を強化するものであるが、従来の表面硬化法である浸炭処理に比べ、処理に時間がかかること、実用的に用いられるマルテンサイト組織からの合金窒化物の析出挙動自体の理解が不足していること、窒化処理により形成される硬化層の性質を予測するモデルが現時点では存在しないことなどの欠点が存在する。そのため現在では窒化処理の利用は非常に高い精度が求められる部材、高い高温強度を要求される部材などに限られている。本研究では窒化処理の更なる利用とその高機能化を目指し、特に処理によって形成される窒化組織の基礎的な知見を得るため、Fe-M 2元フェライト合金及び Fe-C-M 3元マルテンサイト鋼を窒化した際に形成される窒化組織を種々の手法により解析し、その組織形成について検討した。

高温窒化した Fe-M(M=Al, Cr, Ti, V) 2元フェライト合金の硬化挙動と窒化組織に関する研究では、Fe-M 2元合金に対し 550℃から 700℃の温度域においてプラズマ窒化を施し、種々の添加元素を含む合金の表面硬度上昇と母相中に析出する合金窒化物の変化に与える処理温度の影響について検討を行った。はじめに合金元素を含まない純鉄では度の温度域においても窒化によるフェライト相の硬度上昇は

わずかであった。Fig. 1に種々の温度で4h窒化したそれぞれの合金の硬度分布を示す。Fe-1mass%Al合金では600℃以下では16hまでの窒化では窒化物の析出はほとんど起こっておらず、顕著な表面硬度の上昇は見られないが、650℃以上では板状AINの析出が大きく促進され表面硬度が増加する。Fe-1mass%Cr合金ではすべての温度域で微細な板状CrNが窒素の浸入に応じて素早く析出し表面硬度が増加するが、処理温度の上昇に伴い析出するCrNのサイズが大きくなり表面硬度が低下する。Fe-1mass%合金ではどの温度域においても非常に高い表面硬度が得られ、温度上昇により硬度が増加する。また組織観察では処理温度に関わらず非常に微細な厚さ1原子層または数原子層のTi-Nクラスターが母相の{001}面上に生成していることが明らかになった。Fe-1mass%V合金ではどの温度域においてもTi添加合金同様非常に高い硬度が得られ、温度上昇により硬度が増加する。組織観察では低温ではV-Nのクラスターが、高温では平衡窒化物であるVNの生成が確認された。さらに種々の合金の窒化層厚さの時間依存性から窒化層の成長速度に与える温度の影響は主に、窒素の拡散係数、表面に最も近い位置でのフェライト相中の固溶窒素濃度、生成窒化物の合金元素と窒素の組成の温度による変化により説明されることを明らかにした。

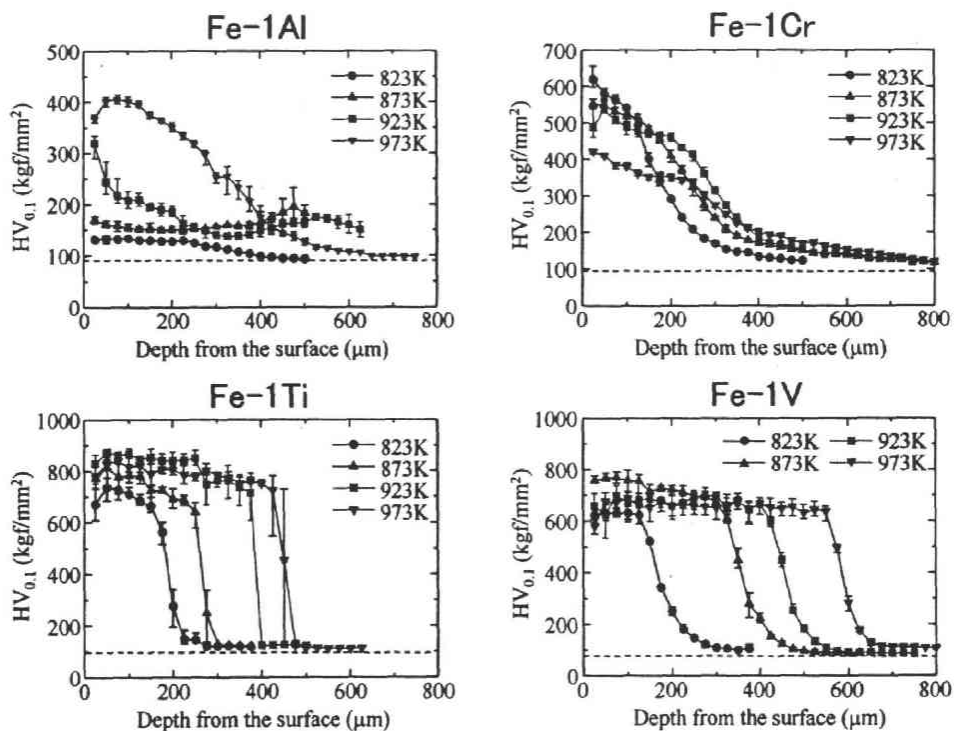


Fig. 1 種々の温度で4h窒化したFe-1mass%Mフェライト合金の硬度分布

粒子分散状態を評価可能な窒化モデルの構築に関する研究では Kampmann and Wagner による不均一系での析出モデルを、表面から固溶窒素濃度が連続的に変化する不均一系である窒化に拡張することで従来の窒化物体積率のみを予測するモデルに代わる、窒化層内で連続的に変化する粒子の密度を評価可能なモデルを構築した。表面の固溶窒素濃度が常に一定であるという仮定の下に、仮想的な合金に対して計算を行った結果では、粒子密度は表面で非常に高く、深さが深くなるにつれて指数関数的に低下すること、粒子径は表面から徐々に増加する傾向が得られた。この結果は前述の Fe-1mass%Cr で得られている結果と定性的に一致する。また計算パラメータである析出物の溶解度積を大きくすると、窒化層内の析出物の密度は全体的に大きく減少すること、析出領域/未析出領域の境界が明確かつ急峻なものから不明瞭なものに変化する。同様に析出物/母相間の界面エネルギーを増加させると、窒化層内の析出物の密度は全体的に大きく減少すること、析出領域/未析出領域の境界が明確かつ急峻なものから不明瞭なものに変化する結果が得られた。Fe-1mass%Cr 合金に対して行った計算結果の実験結果との比較では、表面の窒素濃度が常に一定であるとした際には、表面からの距離が深い領域においては実験結果との良い一致が見られたが、表面付近の密度は実験に比べ極端に高い値となった。これに関して当初の表面の境界条件として用いた表面における固溶窒素濃度が一定であるという条件に代わり、さらに厳密な条件である系に流入する窒素量が一定であるという条件を用いることで、Fig. 2 に示すように表面付近、内部領域の粒子の密度を共に満たす粒子密度のプロファイルを得ることができた。

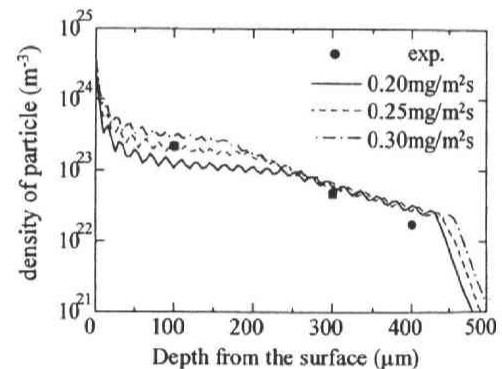


Fig. 2 表面からの窒素の流入量の変化による計算析出粒子密度の変化と実験値との比較

マルテンサイト鋼からの合金窒化物の析出に関する研究では、ラスマルテンサイト組織を初期組織とした Fe-0.6C·(1,2)mass%M (M=Al, Cr, Mn, Si)合金をプラズマ窒化し、窒化物の析出組織および窒化挙動に及ぼす合金元素添加の影響を調べた。550°C16h 窒化した各試料の硬度分布を Fig. 3 に示す。置換型合金元素を含まない Fe-0.6C 合金では窒化による表面硬度の上昇は非常に小さいのに対し、Mn および Si を添加した合金でも硬度上昇は比較的小さい。一方で Al および Cr を添加した合金では窒化によ

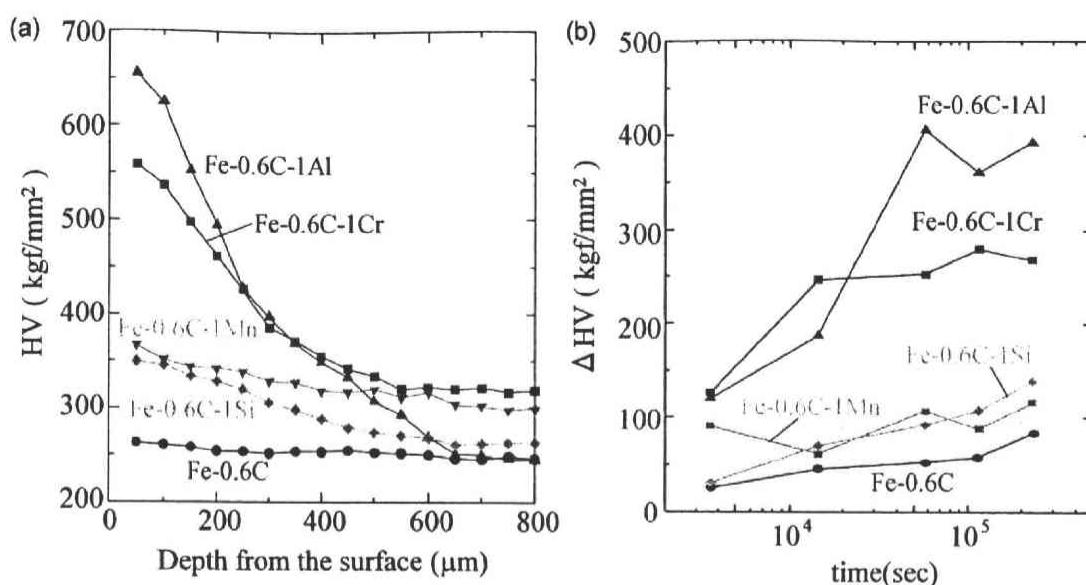


Fig. 3 (a) 550°Cにて 16h プラズマ窒化した Fe-0.6mass%C-1mass%M 合金の硬度プロファイル

(b) 種々の合金の窒化による表面硬度上昇量の変化

り大幅に硬度が増加する。母相中に析出した合金窒化物の観察では、Mn 添加材では微細な  $Mn_3N_2$  が粒内にまばらに、Si 添加合金では塊状の Si 窒化物が主にマルテンサイト組織の粒界に、Al 添加合金では NaCl 構造の AlN が粒内に高い密度で、Cr 添加合金では NaCl 構造の CrN が粒内に高い密度で析出していることを明らかにした。これら合金における析出物は Fe-M 2 元フェライト合金において報告されている析出物と構造、サイズ共にほとんど同じであった。大きな硬度上昇が見られた Al 添加合金および Cr 添加合金における合金窒化物の析出挙動をフェライト合金での析出挙動と比較したところ、Al 添加合金では AlN の析出はマルテンサイト中の高密度の転位によって大きく促進されるため、フェライト組織における析出に比べ、マルテンサイト組織では硬度上昇が早い、Cr 添加合金では窒化処理中にマルテンサイト組織では組織中に存在するセメンタイトに Cr 原子が濃縮することにより、母相中の固溶 Cr 量が減少し、窒化処理により母相中に析出する微細な CrN の量が減少するため、フェライト合金よりも硬度上昇量が小さくなることが明らかになった。

以上、本研究では窒化処理により得られる諸特性の基礎となる窒化組織を明らかにすると共に、その析出挙動に影響を与える諸因子について検討を行った。今回得られた成果は現行の窒化処理法において適切な処理条件の選択に有効な知見を提供するばかりでなく、高速窒化鋼、高強度窒化鋼の開発、応用に重要な指針を与え、窒化の更なる利用と高機能化に大きな貢献をすることが期待される。

# 論文審査結果の要旨

窒化はフェライト温度域において表面より窒素を侵入・拡散させ、内部に硬質な窒化物を形成させて表面硬化させる表面熱処理である。この処理は、焼入れを伴う浸炭や高周波焼入れと異なり処理後の熱処理歪が小さいこと、合金窒化物の析出強化を用いており、焼入れ硬化よりも高硬度が得られさらに優れた耐熱性を示すことなど、利点が多い。しかし一方で、低温域処理であることで厚い硬化層を得るために長時間を要すること、合金鋼を用いなければ顕著な硬化は起こらないことなどの欠点もある。今後、輸送機械用の駆動系部品や成型用金型、切削工具などの広い用途への応用拡大が期待されるが、そのためには窒化組織の形成過程の解明が必要不可欠である。

本研究は、今後ますます重要性が増すことが期待される鉄鋼材料の窒化処理における窒化物析出の制御に関する基礎的な知見を得るため、主として組織学的観点から窒化物の析出挙動を明らかにすることを目的としており、全編5章よりなる。

第1章は、緒言であり、本論文の背景と目的を述べている。

第2章では、高温処理による窒化処理時間の短縮を目的として、窒化物生成元素として従来窒化鋼に用いられてきたAl, Cr, 及び強力な窒化物生成元素として知られるTi, Vを1mass%添加したFe-M2元合金に対して、共析温度の上下での種々の温度でプラズマ窒化を施し、硬度分布の温度変化を調べると共に析出組織を電子顕微鏡観察によって解明し、硬度分布との対応を検討している。

第3章では、均一系における析出を取り扱うNumericalモデルを不均一系に拡張し、従来の窒化モデルでは不可能であった拡散層内の窒化物粒子の分散状態を記述できる窒化モデルを構築し、Fe-Cr合金の窒化組織への適用を行っている。

第4章では、Fe-C-M (M= Al, Cr, Ti, V) 3元合金を用いてラスマルテンサイト組織を前組織とした際の窒化組織の調査を行うことで、マルテンサイト組織からの合金窒化物析出の特徴を明らかにし、フェライト合金での窒化物析出組織との比較検討を行っている。

第5章は本研究の結論である。

以上の通り、本論文はフェライトおよびマルテンサイト鋼の窒化組織形成過程を明らかにすると共に、適切な硬化層および硬度プロファイルを得るための設計指針について実験および理論の両面から重要な基礎的指針を与えており、今後の鉄鋼材料における窒化処理の応用拡大に対する学術面での寄与が少なくない。

よって、本論文は博士（工学）の学位論文として合格と認める。