

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 10 日現在

機関番号：11301

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2013～2014

課題番号：25630321

研究課題名(和文)新規熱処理の概念「SMCプロセッシング」の確立を目指した鉄鋼の高機能化研究

研究課題名(英文)Improving performance of steel by establishing novel "SMC processing" heat treatment

研究代表者

古原 忠 (Furuhara, Tadashi)

東北大学・金属材料研究所・教授

研究者番号：50221560

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,300,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、場所によって導入ひずみの異なるHPT加工材を用いてフェライト域での窒化処理を施し、表面硬度および組織を調査した。その結果、Fe-Al材では導入ひずみ量が増加するほど窒化層中でのAlN析出が促進される結果、硬化量が大きくなるという重要な知見を得た。一方、純鉄やFe-Cr合金の窒化材では導入ひずみ量が増加しても表面硬度にはほとんど変化が現れない。これは、純鉄では窒化温度での再結晶により導入ひずみが短時間で解放されるためであり、Cr窒化物は転位を核生成サイトとしないためと考えられる。また、Al添加材では歪導入により無加工材では不均一に生成した化合物層が均一に生成することを見出した。

研究成果の概要(英文)：In this research, Fe-M binary alloys were nitrided after deformation by high pressure torsion in order to clarify effects of strain on nitriding behavior. It was found that precipitation of AlN is accelerated by the strain, leading to larger surface hardening, while effects of strain on surface hardness are small in pure Fe and Fe-Cr alloy. This is because strain in pure Fe is rapidly recovered by recrystallization and precipitation of Cr nitride does not need dislocation as a nucleation site. Furthermore, it is found that homogeneous compound layer can be formed by deformation prior to nitriding treatment in Fe-Al alloy.

研究分野：金属組織制御学

キーワード：表面硬化 鉄鋼材料 超強加工 窒化

### 1. 研究開始当初の背景

鉄鋼材料では、バルク材の熱処理に加えて表面改質により特性向上を図る表面熱処理が用いられる。その代表は、高周波焼入れなどの加熱/冷却のみを制御する物理的手法とガス雰囲気中で加熱しながら表面から硬化を担う元素を拡散浸入させる化学的手法(例:浸炭、窒化)に分類される表面硬化熱処理であり、優れた耐摩耗性、耐疲労特性、耐食性、耐熱性などの高機能を付加でき、自動車用部材や金型/工具分野を中心に実用で用いられる。しかし、トライアンドエラーでの特性向上とプロセス改善が追求され、硬化原因や組織制御の原理解明は不十分である。

応用面では、高い表面硬度と厚い硬化層の形成の両立が大きな課題である。耐摩耗性の面では表面硬度ができるだけ高いことが望まれ、硬化層が厚いことが高面圧強度、高疲労強度に重要である。しかしながら、代表的な表面硬化熱処理である、浸炭は高温処理であるため硬化層厚さが大きい、表面硬度は最大 900HV 程度であることや耐熱性に問題があり、窒化処理では表面での化合物相生成や拡散層のナノ析出により大きな表面硬化(1000~1200HV)が得られるが、処理温度が低温であるため硬化層厚さが小さいという欠点がある。

今後環境低負荷かつ安心/安全なグリーンサステナブル社会システムの構築において、動力機器での各種のローター、ギア、ベアリング等の機械構造用部品の高強度化、高寿命化はますます重要で、表面硬化熱処理の優れた高付加価値を最大限に生かし発展させるための材料科学的研究が不可欠である。

### 2. 研究の目的

窒素を用いた表面硬化処理での超強加工の影響の解明について研究を行う。詳細としては、主に超強加工+窒化の組み合わせによる表面硬化挙動を従来のバルク材の場合と比較して評価し、特性への影響を明確化する。

### 3. 研究の方法

Fe-M 二元合金について超強加工時の導入歪み量が表面硬化におよぼす影響を明らかにする目的で、円盤状試料の中央から外側に向けて半径方向に歪み量が大きくなる高圧ねじり加工(High Pressure Torsion, HPT)材を用いてフェライト域での窒化処理を施し、表面硬度および硬化速度の評価を行う。微細組織観察はSEM-EBSD, FIB, TEM, 3次元アトムプローブを用いて行い、表面硬度測定には全自動ビッカース硬度測定装置を用いる。合金元素Mとしては、強い窒化物生成傾向を持つAlおよびCr添加合金を用いる。

### 4. 研究成果

図1に室温でHPT加工を施し、その後843Kにおいて3.6ks窒化した純鉄およびFe-1Al

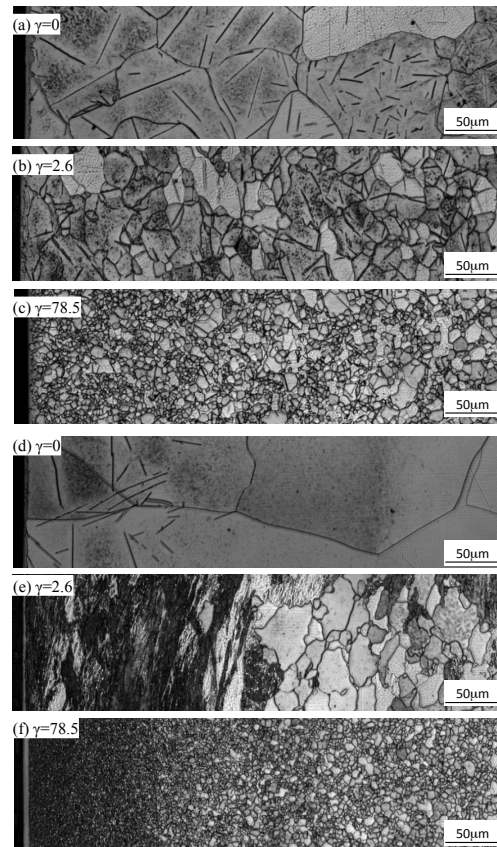


図1 プラズマ窒化した無加工およびHPT加工材の低倍組織, 純鉄(a)無加工, (b)  $\gamma = 2.6$ , (c)  $\gamma = 78.5$ , Fe-1Al合金(d)無加工, (e)  $\gamma = 2.6$ , (f)  $\gamma = 78.5$

合金の断面組織を無加工材の窒化材と合わせて示す。図1(a)に示すように純鉄の無加工材を窒化すると、粗大な $\alpha$ 中の内部に粗大な針状の鉄窒化物が分散した組織となる。HPT加工により歪量( $\gamma$ )2.6および78.5のせん断歪が加わった領域の窒化後の組織を見ると、窒化温度において再結晶が起こった結果無加工材と比べて著しく $\alpha$ 粒組織が微細化する。特に大歪領域(図1(c))でその変化が顕著にみられる。同様の窒化組織をFe-1Al合金で観察したところ、 $\gamma$ 2.6の領域の窒化表面近くで、加工組織が残存していることが分かる。同じ歪量では内部ほど加工組織がなくなり、粒成長していることから、試料表面から流入してきた窒素とAlが結合することで、表面近傍において再結晶が抑制されていることが分かる。一方、窒素の流入により長時間を要する試料内部では再結晶に十分な時間があつたものと考えられる。さらに歪量が大きくなると(図1(f)),再結晶が促進されて、試料表面近傍でも加工組織は見られず全面で微細粒組織となることが分かった。ここでは示していないがFe-1Cr合金でもFe-1Al合金とよく似た組織を示していた。

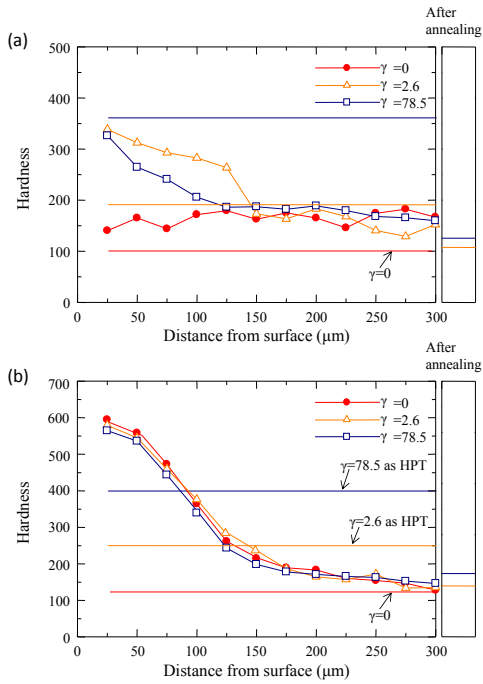


図2 窒化材の硬度分布, (a)Fe-1Al合金,  
(b)Fe-1Cr合金

これらの試料の硬さ分布を調査した. 加工まま材硬さは, いずれの合金でも歪量の増大に伴い上昇し, 合金間の差は小さい. 窒化した純鉄では, 再結晶のため硬さが顕著に低下して, 歪量に関わらず無加工材の未窒化材硬さよりやや高い程度の硬さまで低下する. 一方, 図2(a)に示すAl添加材では, 無加工材はほとんど硬化しないのに対して, 加工材を窒化すると大きな表面硬化が現れることが分かる. Cr添加材(図2(b))では, 無加工材および加工材( $\gamma=2.6, 78.5$ )いずれもほぼ同じ硬さ分布を示す. AlおよびCr添加材での表面硬化はAl窒化物およびCr窒化物析出によるものと推察されるが, 硬さ分布の歪量依存性が異なることから, Al窒化物の析出は加工をすることで促進されるのに対して, Cr窒化物は加工の有無にかかわらず析出しやすいことが示唆される.

以上の結果を図3にまとめる. 図3(a)に示す純鉄では, HPT加工の歪量が増大するほど硬さが増加するが窒化により顕著に硬さが低下し, 歪量依存性はほとんど見られない. Fe-1Al合金でも, 窒化前硬さは歪量が増大するほど上昇するが, 表面近傍では少しの歪量で表面硬化するようになるため, 窒化により硬度が上昇する. 一方, 歪量が増大したり, 内部においては, 再結晶による軟化が顕著になり窒化により硬さが低下する. 一方, Fe-1Cr材では, 表面硬さに及ぼす歪量の影響はほとんどないことが明らかとなった.

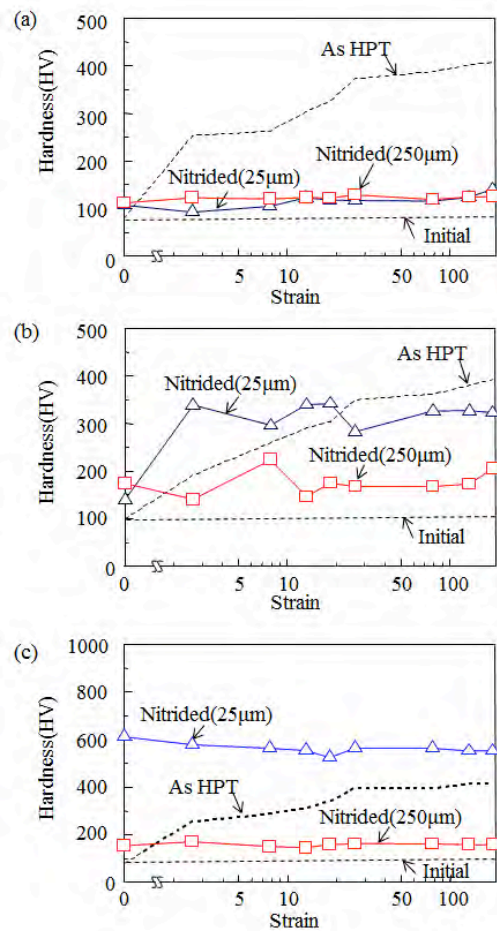


図3 窒化前後の硬さに及ぼす歪量の影響, (a)純鉄, (b)Fe-1Al, (c)Fe-1Cr合金

図4に表面に形成する化合物層組織に及ぼす歪の影響を示す. 純鉄やCr添加材では, 無加工材においても比較的均一な化合物層が形成され, 加工により多少の微細化は見られるもののその影響は小さい. 一方, Fe-1Al合金の無加工材では, 針状に成長する化合物層組織が形成されるため厚さが不均一であったが, 加工を施すことで厚さが均一かつ化合物層中の結晶粒径が著しく微細化するという重要な知見を得た.

以上の通り, 本研究では, 超強加工が窒化組織及び表面硬化に及ぼす影響を調べた結果, 窒化前に加工を施すことで, 窒化温度において回復・再結晶が生じ, 窒化物析出による再結晶抑制効果と合わせて結晶粒径に勾配を持たせた組織を作りこむことが可能であることが明らかとなった. さらに, Al添加材では少しの歪を導入することでAl窒化物析出が促進され大きく表面硬化することに加えて, 表面化合物層が均一に形成されることを見出し, 加工と窒化処理の組み合わせは表面組織制御に有効であることを明確化した.

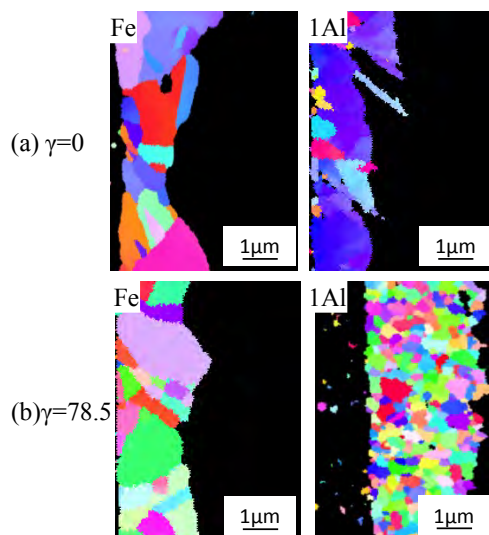


図4 化合物層組織に及ぼす歪量の影響(a)無加工材, (b)加工材 ( $\gamma=78.5$ )

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 1 件)

1. Yusaku Tomio, Shigeki Kitsuya, Goro Miyamoto, Tadashi Furuhashi, K. Oishi, K. Hono, Plasma Nitriding Behavior of Fe-C-M (M=Al, Cr, Mn, Si) Ternary Martensitic steels, Metall. Mater. Trans. A, 45(2014), 239. (査読有)

[学会発表] (計 11 件)

1. 浸室焼入れ組織におよぼす合金元素の影響久保寛典, 宮本吾郎、古原忠, 第 169 回春季講演大会 鉄鋼協会, 2015.03.17, 東大.
2. 久保寛典, 田頭聡、宮本吾郎、古原忠, Fe-1mass%M 2 元合金の浸室焼入れ組織と硬さ, 第 13 回東北支部研究発表大会, 2014.12.10, 岩手大学.
3. 孟凡輝、宮本吾郎、古原忠, Fe-M2 元合金の窒化挙動に及ぼす強加工の影響, 第 168 回秋季講演大会 鉄鋼協会 2014.9.26, 名古屋大.
4. H. Kubo, G. Miyamoto, T. Furuhashi, Alloying Effects on Microstructure of Fe-1mass%M Binary Alloys Treated by Nitriding and Quenching Process, MSE2014, 2014.09.23-25, Darmsdat (Germany).
5. H. Kubo, G. Miyamoto, T. Furuhashi, Microstructure of Fe-1mass%M binary alloys treated by nitriding and quenching process, 第 167 回春季講演大会 鉄鋼協会, 2014.6.2, 東工大
6. 古原 忠, 宮本吾郎, 鉄鋼の浸室・窒化

組織と特性, 熱処理技術協会, 第 77 回春季講演大会, 2014.6.2, 東工大.

7. H. Kubo, G. Miyamoto, T. Furuhashi, Alloying effects on microstructure of Fe-1mass%M binary alloys treated by nitriding and quenching process, 13th ALEMI workshop, 2014.05.26-27, Kyoto (Japan).
8. 久保寛典, 田頭聡、宮本吾郎、古原忠, Fe-1mass%M 2 元合金の浸室焼入れ組織と硬さ, 第 76 回秋季講演大会熱処理学会, 2013.11.28, 名城大学.
9. 小林 大介、宮本吾郎、古原忠, 中炭素鋼のプラズマ窒化挙動に及ぼす添加元素の影響, 第 76 回秋季講演大会熱処理学会, 2013.11.28, 名城大学
10. 小林大介、宮本吾郎、古原忠, 中炭素鋼のプラズマ窒化挙動に及ぼす合金元素複合添加の影響, 日本鉄鋼協会第 166 回秋季講演大会, 2013.9.18, 金沢大学.
11. Goro Miyamoto, Tadashi Furuhashi, Surface Hardening in Nitrided Ferrous Alloys by Nano-sized Clustering and Precipitation, 8th Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing (PRICM-8), 2013.08.8, Hawaii (USA).

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

なし

#### 6. 研究組織

(1) 研究代表者

古原 忠 (Furuhashi Tadashi)

東北大学・金属材料研究所・教授

研究者番号: 50221560