

## 科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成 25 年 5 月 22 日現在

機関番号：11301

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2012 ～ 2012

課題番号：24656397

 研究課題名（和文） 革新的高耐摩耗鉄鋼材料の開発を目指した析出強化型  
表面セラミックス層の創製

 研究課題名（英文） Creation of precipitation hardened surface ceramics layer  
aiming to develop innovative steels with high wear resistance

研究代表者

宮本 吾郎 (Miyamoto Goro)

東北大学・金属材料研究所・准教授

研究者番号：60451621

研究成果の概要（和文）：

窒化処理によって鉄鋼材料表層にナノ析出物を分散させたセラミック層を形成させるため、純 Fe および種々の元素を少量添加した Fe-M 2 元合金にガス窒化を施し、試料表面に生成する化合物層の相構成、成長速度および硬度を調べた。その結果、表層の  $\gamma'$  中では試料内部ほど硬度が増加し、フェライト部で急激に硬度が減少することが明らかとなった。一方、Cr や Al を添加すると拡散層硬度は顕著に増加する一方で、化合物層硬度はそれほど変化せず、化合物層と拡散層硬度の差が減少することが分かった。このことは微細な Cr や Al 窒化物は  $\alpha$  相を析出強化する一方で化合物層に対しての析出強化能は小さいことを示唆している。

研究成果の概要（英文）：

In order to create surface ceramics layer hardened by nano-sized precipitate, pure Fe and Fe-M binary alloys containing small amount of nitride forming elements were gaseous nitrified and crystal structure, growth rate and hardness of surface layer were investigated. Nano-indentation measurements revealed that hardness of  $\gamma'$  layer on the surface of pure Fe is much higher than those in ferrite matrix beneath  $\gamma'$ . On the other hand, hardness of ferrite after nitriding treatment is significantly increased by the addition of Cr, V or Al, while alloying effect on hardness of compound layer is relatively small. Those results imply that precipitation hardening by nano-sized nitrides is not so effective to harden the compound layer.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
交付決定額	2,900,000	870,000	3,770,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・材料加工・処理

キーワード：鉄鋼材料，表面硬化処理，ナノ析出，析出強化

## 1. 研究開始当初の背景

CO<sub>2</sub> 排出量の削減や燃費向上のために自動車や建機等の駆動部分に使用される部材が小型化・高負荷化するに従い、これらに用いられる材料の耐摩耗性向上すなわち表面層の高硬度化が強く求められている。窒化は、鉄鋼材料における主要な表面硬化処理の一つであり、他の硬化処理法に比べて処理歪が

小さいという特長を有することから、高精度小型部材への適用が拡大している。

従来の窒化処理では、試料表面での鉄窒化物生成および鉄母相(フェライト; $\alpha$ )中のナノ合金窒化物の析出強化により表面硬度を増加させている。しかし、耐摩耗性に最も重要な表面硬度を支配する最表面の鉄窒化物の硬度は低く、処理後に TiN や CrN といった

硬質層のハードコーティングによって表面硬度を確保する必要があった。これに対して、表層の窒化物層の成長に伴い $\alpha$ 中のナノ合金窒化物が窒化物層へ取り込まれれば、表層にはナノ合金窒化物を含む窒化物層が形成され、窒化物層の硬度が増加することが期待される。これは、従来金属材料で活用されてきた析出強化法を表面窒化物層へと適用し、窒化処理によって析出強化型セラミックス層を試料表面に創製できる可能性を意味するものである。

## 2. 研究の目的

窒化処理によって試料表面に生成する窒化物層の硬度および成長速度に及ぼす窒化物生成元素(V, Cr, Al 等)添加の影響を解明する。

## 3. 研究の方法

高純度純Feおよび1mass%のMn, Si, Cr, Al, Vを添加したFe-M2元合金を作成して、凝固偏析を解消するために高温で長時間の焼鈍を行い、添加元素が均一に分布し、かつ格子欠陥のほとんどない $\alpha$ 単相組織を作製した。これらの合金を570°Cの $\text{NH}_3\text{-H}_2$ 混合ガス中で種々の時間ガス窒化を施した。試料表面に生成する窒化物層の相構成、成長速度および硬度を、XRD, EBSD, ナノインデンテーション方により調べ、窒化物層の厚さを光学顕微鏡により調査した。

## 4. 研究成果

Fig. 1に純Feを570°Cで115.2ks窒化した試料の断面光顕写真およびEBSDにより得られた相マップ、対応視野のナノインデンテーション測定結果について示す。Fig. 1(a)に示すように約20 $\mu\text{m}$ の化合物層が試料表面に形成されていることが分かる。Fig. 1(b)の相マップでは、hcp, fcc, bcc相をそれぞれ、白, グレー, ダークグレーで表している。これより、化合物層は表面より、 $\epsilon$ 窒化物(hcp: $\text{Fe}_2\text{-}_3\text{N}$ ),  $\gamma'$ 窒化物(fcc: $\text{Fe}_4\text{N}$ )であり、その内部に $\alpha$ が存在することが分かる。また、相マップ中の黒い点およびFig. 1(a)中に見える一列に並んだ三角形はナノインデンテーション測定を行った圧痕である。これらに示すように、一つの試料において表面から内部への硬度分布を3カ所で測定した(Fig. 1(c))。これを見ると、化合物層の表面付近では硬度は低く、化合物層/母相界面付近に近づくにつれて硬度は上昇し、 $\alpha$ 中では急激に硬度が減少する。また、窒化材の $\alpha$ 硬度は未窒化材のものに比べて窒素の固溶強化により高くなっている。 $\epsilon$ 窒化物の硬度は、薄かったため測定できなかった。硬度分布を見ると $\gamma'$ 中で表層付近ほど硬度が減少するのは、光顕写真でも確認されたように、ボイドが多

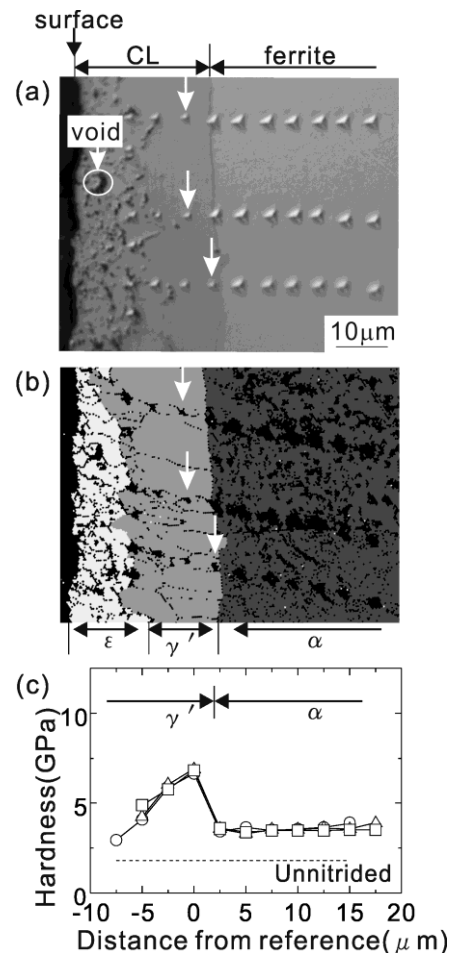


Fig.1 Compound layer (CL) in pure Fe nitrided at 843K for 115.2ks. (a) cross-sectional optical micrograph, (b) phase map corresponding to (a), (c) hardness-depth profile.

数形成されるためであると考えられる。

570°Cで115.2ks窒化したFe-M2元合金に対して同様の測定を行った。 $\alpha$ の硬度および化合物層の硬度をFig. 2にまとめる。Fig. 2(a)に示すようにMnやSiを添加しても窒化材中の $\alpha$ 硬度は純鉄のものと同様である。一方、CrやAl, Vといった窒化物形成元素を添加した場合には、 $\alpha$ 硬度は7-10GPa程度まで大きく増加している。Fig. 2(b)は各合金における化合物層の硬度を表している。これを見ると、元素添加によって化合物層の最高硬度は増加する傾向にあるが、その変化は $\alpha$ 相の硬化量と比べて小さい。また、化合物層硬度は大きければつきがあるが、これは表層に生じるボイド生成のためであると考えられる。また、Mn添加材のみ $\epsilon$ 化合物が篤く生成したため、その硬度を測定することができた。このデータを見ると、 $\epsilon$ 化合物は $\gamma'$ よりも硬いことが分かる。

Fig. 3に115.2ks窒化材の表面付近の光顕

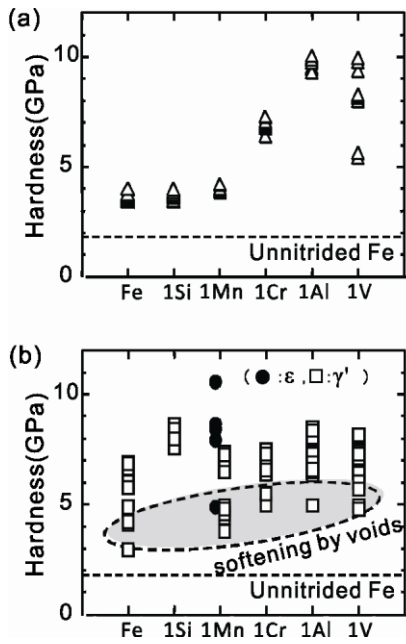


Fig.2 Hardness of the specimens nitride at 843K for 115.2ks, (a) diffusion zone and, (b) compound layer

写真を示す. いずれの試料においても化合物層が形成されており, Al 添加材以外では元素添加により純 Fe よりも化合物層が厚くなっている. また, Si や Al 添加材では部分的に化合物層/母相界面が針状になっている領域も観察された.

このような組織観察結果を元にして測定した化合物層厚さの二乗と窒化時間の関係を Fig. 4 に示す. 純 Fe の窒化では, 化合物層厚さの二乗は保持時間に対して直線的に増加し, 放物線則が成り立つことが伺える. 同様に, Cr, V, Si 添加材では放物線則が成り立ち, 先に述べたように純 Fe よりも化合物層の成長速度が速いことが分かる. 一方, Al 添加材においては, 短時間処理では純 Fe よりも厚い化合物層が生成するが, 長時間窒化では成長が鈍化して, 化合物層が逆に薄くなる.

[まとめ] 本研究では, Fe-M 2 元合金を窒化して, 試料表面に生成する化合物層の硬度, 成長速度を調査した. その結果, Al を除くいずれの元素を添加しても, 化合物層の成長は促進されることが明らかとなった. また, 純 Fe においては化合物層の硬度は  $\alpha$  相に比べて顕著に高い. Cr や Al, V といったナノ合金窒化物が形成される元素を添加すると,  $\alpha$  は析出強化によって硬化するが, 鉄窒化物の硬度上昇はそれほど大きくない. つまり, 塑性変形し易い金属結晶に対して, 組成変形能の小さな化合物結晶における析出強化量は小さいということが結論される.

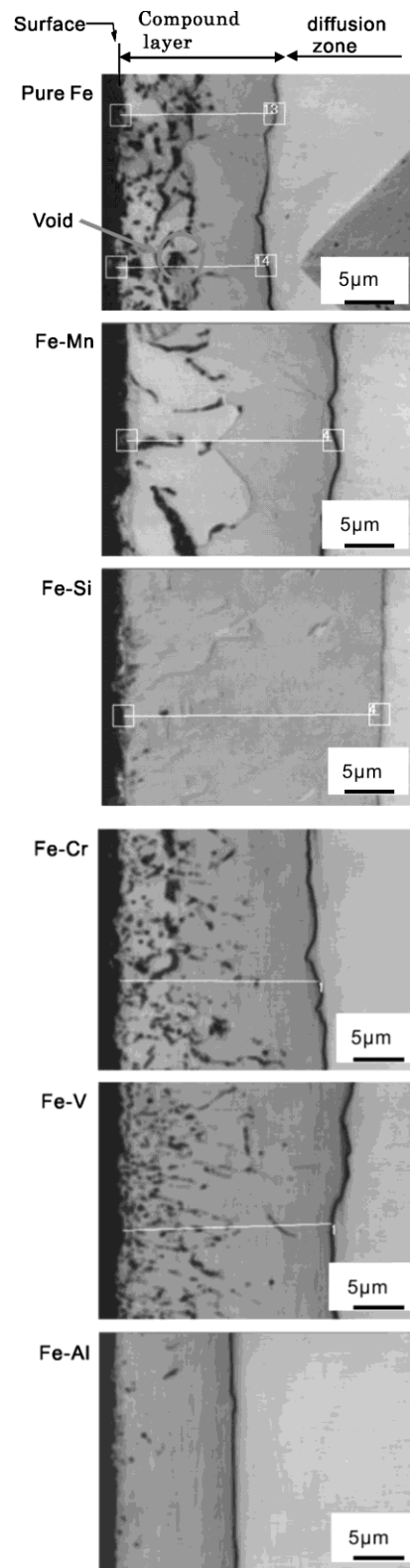


Fig.3 Optical micrograph of cross sections of pure Fe, Fe-1Mn, Fe-1Si, Fe-1Cr, Fe-1V, and Fe-1Al alloys nitrided at 843K for 115.2ks

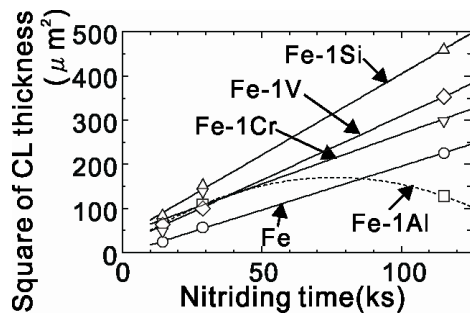


Fig.4 Variations in squared thickness of compound layer with nitriding time at 843K.

## 5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 1 件)

(1) Goro Miyamoto, Tadashi Furuhashi, Formation of nano-sized cluster and nitride during nitriding of ferrous alloys, Proc. Int. Symp. Steel Science (ISSS 2012), 51-57

[学会発表] (計 1 件)

(1) 孟凡輝, 宮本吾郎, 古原忠, Alloying effects on formation of compound layer in the gaseous nitrided Fe-M binary alloys, 国際熱処理学会 (20th IFHTSE), Beijing, China, 2012. 10. 23-25

[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

宮本 吾郎 (Miyamoto Goro)  
 東北大学・金属材料研究所・准教授  
 研究者番号: 60451621