

炭化物を形成する場合のステンレス鋼中の 炭素拡散量の評価

熊本大学 工学部 技術部¹⁾、熊本大学 大学院 自然科学研究科²⁾

○山室賢輝¹⁾、松田尚久²⁾、森園靖浩²⁾

1. はじめに

鋼の耐摩耗性や疲労強度などの改善を目的として、浸炭、窒化、軟窒化、高周波焼入れ等の様々な表面改質方法が開発され、実用部材に供されている。この中の浸炭は、高温下で炭素を鋼表面から拡散浸透させ、その表面部分の炭素量を増加させて焼入れ硬化するもので、自動車の歯車やシャフト等の機械部品に対して古くから行われてきた。一方、ステンレス鋼においては、合金成分である Cr が表面に Cr 酸化物として不動態膜を形成し、これが鋼中への炭素や窒素の侵入を阻害することから、従来のガス浸炭やガス窒化等により表面改質することが難しいとされている。このため、プラズマ浸炭、プラズマ窒化^[1, 2]といった方法を適用することが検討されている。しかしながら、これらの方法は炭素や窒素の拡散処理を行う前にスパッタ・クリーニング等によって表面に存在する不動態膜を分解する必要があるため、専用の設備を必要とし、コスト、作業効率、量産性において問題がある。そこで我々のグループは、これまでにグラファイトと市販の鉄粉から成る混合粉末中にステンレス鋼を埋め込み、窒素雰囲気にて加熱することで、ステンレス鋼中に炭素を容易に拡散させ、表面硬化できることを見出している^[3]。この浸炭現象は、混合粉末に含まれる鉄粉と炭素が試料周辺の酸素分圧を下げることでステンレス鋼表面の不動態膜が分解される雰囲気が作り出され、炭素熱還元反応^[4]が生じた結果と考えられる。なお、以降はこの処理方法を **Iron-powder pack technique : IP 処理**と後述する。早川らは、本手法により形成されるフェライト系ステンレス鋼の表面改質部分には微細な炭化物が多数形成され、表面硬さが HV=1000 程度に達することを報告している^[3]。この処理法は、窒素フロー可能な電気炉さえあれば処理が可能であり、また一般鋼材・ステンレス鋼を問わず、チタン、タングステン、バナジウム等の高融点金属に対しても同一の処理工程で対応できるといったメリットをもつ^[5]。今回は、本研究についての解説と、その評価で重要な要素を占める EPMA による炭素の分析について報告する。

2. 実験方法

供試材は Fe-Cr 二元系合金であるフェライト系ステンレス鋼 SUS430 である。この化学組成を表 1 に示す。これをスエーピングにより直径 5 mm の丸棒に加工、1173 K, 3.6 ks の条件で焼鈍し、更に#4000 までのエメリー紙で表面を整えたものを出発材とした。一方、粉末にはカーボニル鉄粉 (0.8~0.9 mass% C, 0.7~0.9 mass% N, 0.2~0.4 mass% O)、グラファイト粉末、アルミナ粉末の 3 種類を用いた。なお、IP 処理に使用する粉末は、

表 1 SUS430 の化学組成

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
SUS430 (mass%)	0.06	0.62	0.5	0.026	0.004	—	16.44

カーボニル鉄粉とグラファイトを体積比 7:3 に混合した粉末を「基準粉末」とし、基準粉末 1 に対してアルミナ粉末を体積比で 0、9、50 添加したものをを用いた。IP 処理については、上記の方法により作製した混合粉末と供試材を金属パイプと一緒に詰め込み、粉末がこぼれ出ない程度に両端を封じた。熱処理には横型加熱炉を用い、熱処理前に炉内の真空引きと窒素ガス置換を 5 回繰り返し行った。その後、4N の純度の窒素を 0.5 L/min で流しながら 10 K/min の昇温速度で 1273 K に加熱し、3.6 ks 保持後、水中焼入れした。

3. EPMA 分析結果

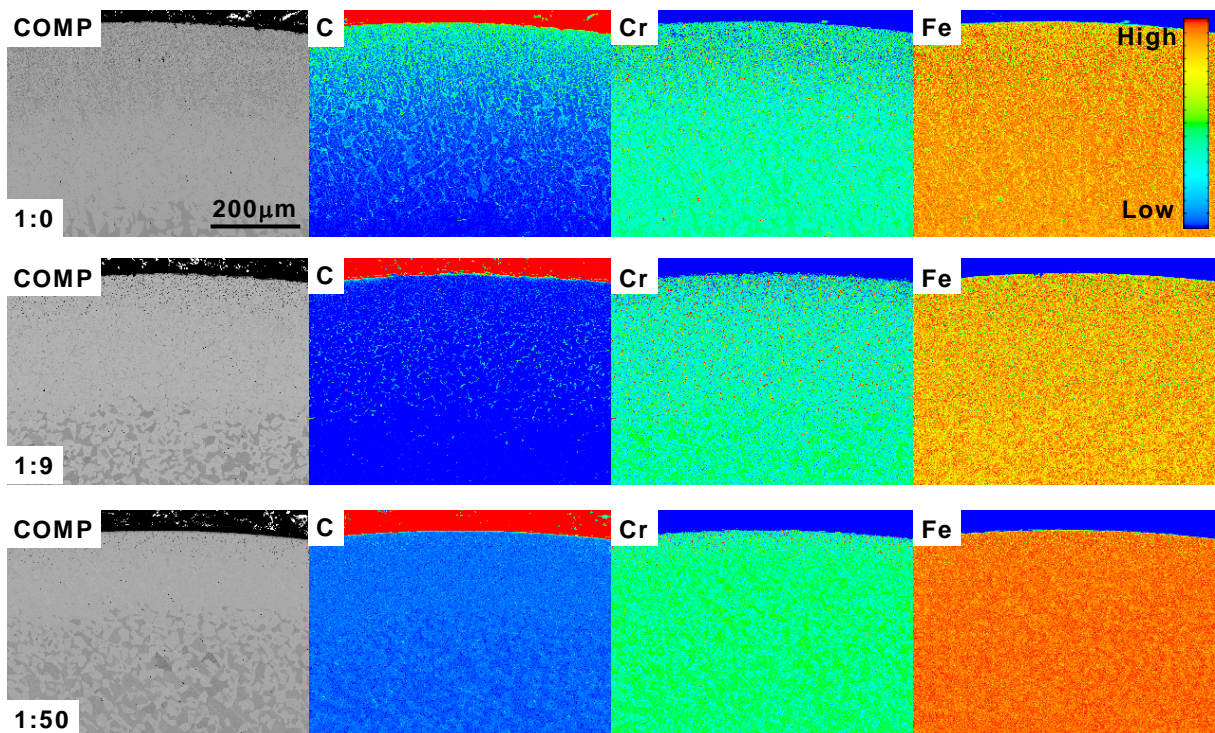


図 1 IP 処理した試料断面の面分析結果

IP 処理した試料断面の面分析結果を図 1 に示す。上段は基準粉末：アルミナ粉末＝1:0、中段は 1:9、下段は 1:50 である。一般的に Fe が浸炭されると、急冷されない限り α -Fe (フェライト) と炭化物である Fe_3C (セメンタイト) の 2 相混合組織 (パーライト) となる。また C 量が約 0.8mass% 未満の場合、フェライトとパーライトの結晶粒に分離した組織を呈する。更に Fe-Cr 合金においては、Fe や Cr と結合し、 M_{23}C_6 や M_7C_3 (M は Fe または Cr) と呼ばれる炭化物を形成する。今回の実験においては、C が侵入している様子うかがえるものの、様々な炭化物を形成しているようにも見える。また試料によっては、単純に C が基材内部にいくにつれ減少しているのかどうか判別しづらい。そこで C の拡散量を定量化するため、検量線法により面分析の定量化を試み

表 2 検量線の決定に用いた Fe 基標準試料の C 量

	1	2	3	4	5
C (mass%)	0.089±0.009	0.188±0.012	0.281±0.016	0.460±0.020	0.680±0.020

た。検量線の作成には、表 2 の Fe 基標準試料を用い、前処理としてアルコールによる超音波洗浄の後、XEI Scientific 社製 Evactron-C によりプラズマクリーニングを施した。また分析の際は、電子線照射中の hidrocarbon による汚染を極力防止する狙いで、1 試料につき 2s×9 点照射した。得られた検量線を元に、まずは市販の S45C 材 (0.45mass%C) のマップを取得し、定量化を試みたところ 0.426 mass%C となり、まずまずの結果を得ることができた。そこで今回の試料に対し、面分析結果を定量化、更に基材の表面から内部方向への線分析へ変換したものを図 2 に示す。通常の線分析において、強度は相対的な意味合いしか持たないが、このような処理をすることで絶対強度として活用することへの指針を示すことができた。

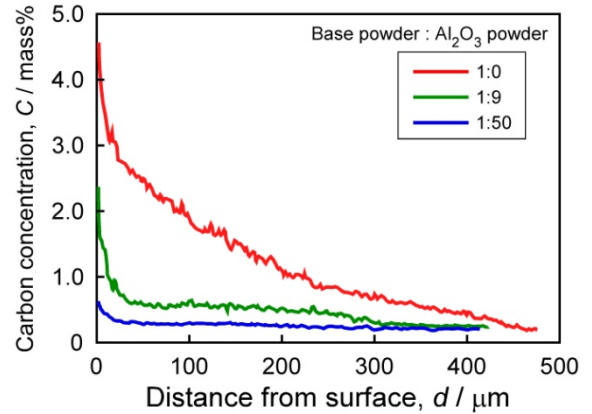


図 2 基材表面からの C の拡散量

4. おわりに

拡散現象の評価の際は、線分析でその拡散の度合いを評価することが多いが、侵入元素が基材に固溶する場合において有効である。しかしながら侵入した元素が基材中で化合物を形成し、2 相混合の組織を呈する場合は、今回のように面分析→定量化→線分析への展開が非常に有効であった。但し、今回の分析においても個人的には 2 点の問題が存在すると考える。一つは分析試料と標準試料のマトリクス元素の違いである。分析試料は Fe に約 16%の Cr を含むものであるのに対し、標準試料は基本的に Fe のみであるため、バックグラウンドの大小によりその定量性が少々失われる可能性が存在すると思われる。もう一つは、炭化物の C 濃度が今回の標準試料の C 量からかなり大きく外れる点である。検量線法を用いるため、炭化物が生成した領域は、C 濃度を外挿して求めているため誤差も大きい。この点に関しては、炭化物の標準試料を用いることで解消できると考えるが、前述のマトリクス元素 (Fe 基炭化物 or Cr 基炭化物) の違いについても注意を払う必要があると考える。

参考文献

- [1] Y. Sun, X. Li, and T. Bell, *Materials Science and Technology*, 15 (1999), 1171-1178
- [2] T. Chihaya, R. Urao, S. Yoshioka, *J. Jpn. Inst. Met.*, 39 (1975), 156-161
- [3] 早川竜之典：熊本大学学位論文 (2011)
- [4] D.Xiang, Y. Liu, S,Shao, S. Gao, M. Tu, 42 (2007), 4630-4635
- [5] 河野友香：熊本大学修士論文 (2012)
- [6] 社会法人日本金属学会：改訂 3 版 金属データブック, (1993), 20-22

※島津製作所主催 第 31 回マイクロアナリシス研究懇談会にて報告