

金属材料の表面処理に関する研究（第3報）

—窒化処理品の複合分析—

小寺 将也*、大川 香織*

Study on surface treatment for metal (III)

- Multiple analysis of a nitride product -

KODERA Masaya*, OKAWA Kaori*

金属製品の機能向上のために使用される窒化処理は、表面を硬化させ耐摩耗性を向上させるなどの機能があることから広く使用されている。窒化処理を施した製品を評価するためには試料の切断などの調整をする必要があり煩雑である。本研究では窒化処理を簡便に評価するための方法について検討し、工具等に使用される鋼材に対して窒化処理を施し、複合的に分析を行った。

1. はじめに

金属材料を高機能化させるためには表面処理が非常に有効であり、そのうちのひとつとして窒化がある。窒化とは表面硬化熱処理の一種で、鋼等の金属製品の表面から窒素を拡散侵入させ、製品の表面を硬化させる加工技術である。焼入れと比較し寸法変化が少なく、耐摩耗性が向上するため、精密部品等に利用されている。

窒化処理を適切に管理するためには窒化深さを測定する必要があるが、測定の際は試料を切断、樹脂包埋、鏡面研磨して硬度測定をしなければならず煩雑である。そこで本研究では、より簡便な窒化層の評価を目指し、窒化処理を施した試験片に対して複合的な分析を行い、適切な評価方法について検討した。

2. 実験

既報¹⁾の20mm 角×6mm のSCM440 調質材の試験片に、480℃、6 時間の窒素拡散処理を行った。窒素拡散処理は化合物層の形成を抑制する窒化（以下、条件1）と促進させる窒化（以下、条件2）の2種類で行った。表面層の構造分析はX線回折装置（（株）リガク製、SmartLab）を用い、X線源はCu、管電圧40kV、管電流30mAで測定した。表面層の化合物層厚さの分析はグロー放電発光分光分析装置（GD-OES（株）堀場製作所製、GD-PROFILER2）で、φ4 mmの領域を測定した。窒素分布は、電子線マイクロアナライザ（EPMA 日本電子（株）製、JXA-8530F）を用い、試料断面の最表面から400μmまでの窒素分布状態を線分析した。残留応力は微小部X線応力測定装置（（株）リガク製、AutoMATEII）を用いて測定した。測定方法は $\sin^2\psi$ 法、X線源はCrであり、管電圧40kV、管電流40mA、コリメータ径φ1.0 mmとした。測定の不確かさを考慮するため、5回測定し平均値をとった。硬さ試験は、深さ0.02～0.36mmまでをマイクロビッカース硬度計（Struers 製、

DuraScan）を用いてHV0.05（加重50g）で測定した。試験片の断面作成は、試験片を樹脂包埋した後#2400までの湿式研磨を行い、さらに粒径3μmおよび0.1 μmのアルミナでバフ研磨を行った。

3. 結果及び考察

試験片表面層の構造解析を行うためX線回折装置による測定を行い、図1に結果を示す。未処理の試験片にはα-Feの存在を示す回折ピークのみが検出された。条件1の試験片はα-Feに加えγ'-Fe₄Nの回折ピークが見られた。条件2の試験片はα-Fe、γ'-Fe₄N、さらにε-Fe₂₃Nの回折ピークが見られた。これらの結果より試験片表層の化合物層の状態がそれぞれ異なることが分かった。

図2に、GD-OES分析による窒素の深さ分析の結果を示す。条件1では深さ約2μm、条件2では深さ約3μmの窒素が認められた。これはX線回折測定により検出された化合物層であると考えられる。化合物層よりもさらに深い領域で検出されている窒素は拡散層であると思われるが、拡散層の厚みがGD-OESの測定限界である100μm以上と推定され測定することはできなかった。そこで、拡散層厚さの確認をするため、試験片断面のEPMA分析を行った。結果を図3に示す。表層から数ミクロンの領域に強度7000程度の化合物層を示すピークが検出された。窒素拡散層の強度変化を強調するため、縦軸の強度の範囲を1000から2000とした図を併せて示す。図より、条件1、条件2ともに拡散層厚さは約300μmであることが分かった。

拡散層厚さと硬度の関係を確認するため、マイクロビッカース硬度試験機による試験片断面の硬度測定を行った。結果を図4に示す。未処理試験片の硬度は約300HVであったため²⁾、図より約300μmまで硬度が上昇していることが分かった。これはEPMA測定で窒素深さ分析で測定した拡散層の範囲と一致している。

* 技術支援部

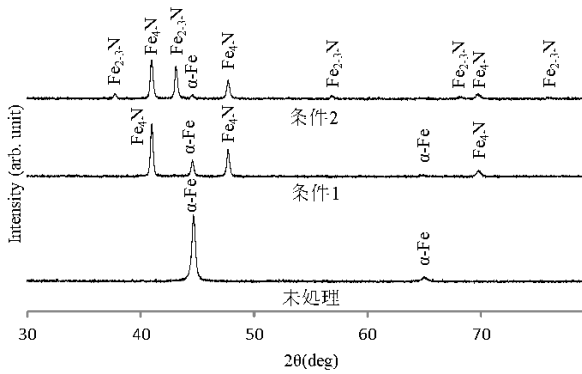


図1 X線回折装置による窒化表面層の測定

窒化処理による圧縮残留応力を評価するため残留応力測定を行った。結果を図5に示す。試料表面の研削痕による影響について比較するため、研削痕に対して平行方向（//と表記）と、垂直方向（⊥と表記）のそれぞれについて測定した。図より、未処理の試験片において、⊥は//と比較して圧縮残留応力の値が約2倍高かった。これに対し窒化処理をした試験片は、条件1、条件2ともに、⊥と//の測定値の差が10%未満であった。また、条件1、条件2ともに、未処理の試験片と比較して圧縮残留応力が上昇した。

4. まとめ

(1) X線回折分析により窒化試験片の表面化合物層を分析し、窒化条件により化合物層の種類が異なることが分かった。

(2) 化合物層厚さと拡散層厚さの分析について検討したところ、GD-OES分析は試験片表面化合物層厚さ分析に適し、EPMA分析は窒素拡散層厚さ分析に適していることが分かった。

(3) 窒化処理により圧縮残留応力は向上し、分析試験片の表面状態と測定方向により応力の値が異なることが分かった。特に窒化未処理では試験片表面状態により応力値が約2倍異なっていた。

窒化処理を施すと窒素拡散層が形成され残留応力が生じる。このため残留応力を測定することにより窒素拡散層厚さが推定できることが示唆された。残留応力測定では試料切断などの調整の必要がないため、窒化を評価するための手順を簡略化できることが期待される。今後は残留応力測定による化合物層厚さの影響について検討していく。

【参考文献】

- 1) 小寺ら,岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.1, pp27-28, 2020

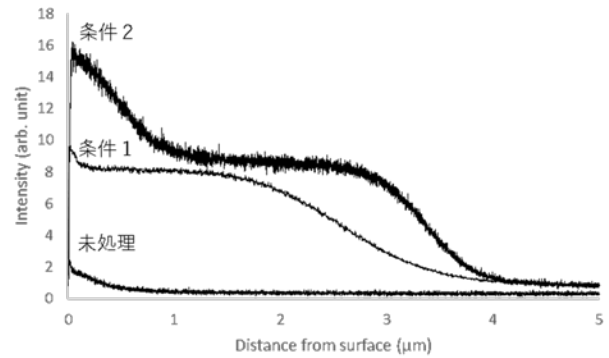


図2 GD-OES分析による深さ方向分析

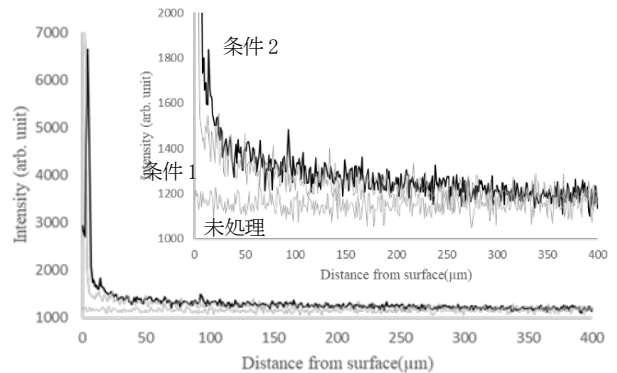


図3 EPMA分析による深さ方向分析

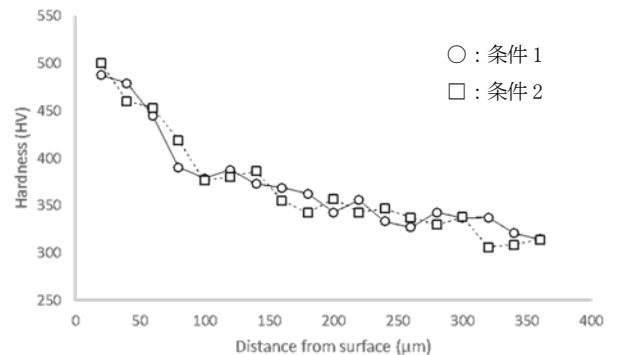


図4 マイクロビッカースによる深さ方向の硬さ測定

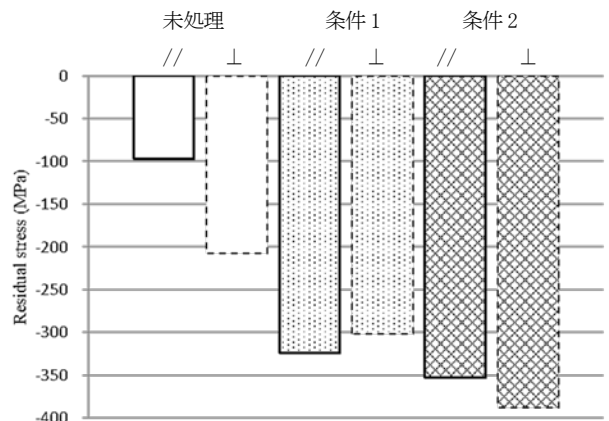


図5 残留応力測定