

金属材料への表面処理技術に関する研究（第5報）

—残留応力測定機による窒化硬度測定—

小寺 将也*、大川 香織**

Study on surface treatment for metal (V)

-Nitriding hardness measurement by residual stress measuring machine-

KODERA Masaya*, OKAWA Kaori**

窒化処理を行った金属製品の硬化層の硬度評価は、一般的にやすり状工具で削ったり切断するなど、製品を破壊しなければならない。本研究では非破壊で硬化層を評価する方法として X 線による残留応力の変化を測定した。その結果、硬度と残留応力測定の際の回折ピークの半価幅との間には正の相関があり、半価幅の測定が硬度推定に有効であることが分かった。

1. はじめに

鉄鋼材料を高機能化させるための表面処理の一つとして窒化処理がある。材料表面から窒素を拡散侵入させ表面を硬化させると、焼入れと比較して寸法変化が少なく、耐摩耗性が向上するため精密部品等に利用されている。窒化した材料の硬度上昇の状態を測定するためには、やすり状の工具で試料表面を軽くこすり測定する方法や、試料を切断、樹脂包埋、鏡面研磨を行った後、硬度測定をする方法がある。これらの方法は試料を破壊する必要があり、また断面試料作製に時間がかかるという課題がある。そこで非破壊で硬度評価を行う方法について検討した。X 線残留応力測定装置で測定すると回折ピークが得られるが、ピークの半価幅は金属硬さと相関があることが知られており、材質や表面処理によって半価幅の変化が異なる。そこで本研究では工具鋼等に使用される SCM440 に窒化処理を施した後、各種分析を行い、回折ピークの半価幅と硬度の関係について残留応力測定装置を用いた非破壊による硬度推定法について検討した。

2. 実験

試料は 30mm 角×6mm の SCM440 調質材を用い、窒化条件は 470℃、480℃、490℃、500℃の 4 条件で、6 時間ガス窒化を行い供試材料とした。なお、供試材料の測定方法・測定条件は以下のとおりとした。

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。断面化合物層観察は電子顕微鏡（日本電子(株)、JIB-4600F）を用いた。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 $\phi 1.0$ mm とした。深さ方向残留応力測定は電解研磨装置（パルステック工業（株）製、Electrochemical Polisher）で逐次研磨を行い、表面形状・

粗さ測定機（Taylor Hobson 製、フォームタリサーフ®PGI NOVUS）で深さ測定をして残留応力測定を行った。硬さ試験は微小押し込み硬さ試験機（（株）エリオニクス製、ENT-NEXUS）を用いて加重 10mN、断面深さ 400 μ m まで測定した。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 3 μ m および 0.1 μ m のアルミナでバフ研磨した。

3. 結果及び考察

3. 1 試料表面状態

窒化処理をした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った。図 1 に結果を示す。470℃、480℃、490℃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。それに対して 500℃の試験片には α -Fe に加え、化合物層である γ' -Fe₄N の回折ピークが検出された。また、500℃試験片に対して断面試料を作成して電子顕微鏡による試料表層断面観察を行ったところ、化合物層厚さは約 1 μ m であることが分かった。

3. 2 深さ方向硬さ測定

次に微小押し込み硬さ試験機を用いて深さ方向の硬さ測定を行った結果を図 2 に示す。最も深く硬度が上昇していたのは 500℃の試験片であった。470℃、480℃、490℃の試験片は化合物層が形成されていなかったが、表面硬度はいずれも上昇していた。また、470℃より 480℃の試料の方が硬度上昇は低かったが、これは窒化温度が低かったため、硬度上昇にばらつきが存在した可能性が考えられる。

3. 3 深さ方向残留応力測定

次に試験片表面に逐次電解研磨を施し、残留応力値がゼロ応力付近になるまで残留応力測定を行った。結果を図 3 に示す。490℃と 500℃の試料において、表層の残留応力値は化合物層の有無に関わらず同様の値を示したが、深さ方向測定を行ったところ、500℃試料は応力値の減少がより緩やかであった。これは硬度測定の結果と同様の傾向である。

* 技術支援部

** 化学部

3. 4 半価幅測定

図3の縦軸を各測定値における半価幅に置き換えたものを図4に示す。半価幅とは、回折ピーク強度が半分になる高さでのピーク幅のことである。いずれの試験片においても半価幅の変化は深さ約100 μm までであった。これは硬度試験において特に500 $^{\circ}\text{C}$ と490 $^{\circ}\text{C}$ 試料において100 μm 以降も緩やかに硬度が低下した傾向と異なっていた。半価幅の変化は、窒素が格子内に侵入型固溶していることにより現れると考えられるが、窒素固溶量が減少するにつれて、硬度変化があっても半価幅の変化に寄与されなくなるものと考えられる。そこで、表層から100 μm までの硬度変化と半価幅変化の関係について検討した。

3. 5 半価幅と硬度の関係

500 $^{\circ}\text{C}$ で窒化処理した試料において、表面から深さ100 μm まで逐次電解研磨を施した後残留応力を測定し、回折ピークの半価幅と硬度の関係をプロットした結果を図5に示す。正の相関を示し、この時の相関係数は0.88であった。このことから、半価幅の値を用いて残留応力測定装置による非破壊での硬度推定に有効であることが分かった。

4. まとめ

SCM440 材に470 $^{\circ}\text{C}$ 、480 $^{\circ}\text{C}$ 、490 $^{\circ}\text{C}$ 、500 $^{\circ}\text{C}$ の4条件でガス窒化した試料をX線回折装置で測定した結果、470 $^{\circ}\text{C}$ ～490 $^{\circ}\text{C}$ までは表層に化合物層が形成されなかったが、500 $^{\circ}\text{C}$ では $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ が形成された。

また、窒化処理試料の硬度とX線残留応力測定装置の回折ピークの半価幅には相関が認められ、残留応力測定装置による非破壊での硬度推定が有効と思われた。

【謝 辞】

本研究の遂行にあたり、株式会社岐阜多田精機様にご協力いただきました。深く感謝の意を表します。

【参考文献】

- 1) 田中啓介ら, 残留応力のX線評価, 養賢堂

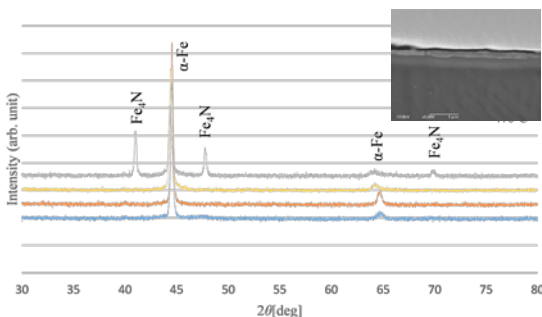


図1 X線回折装置による窒化表面層の測定
(上から500 $^{\circ}\text{C}$ 、490 $^{\circ}\text{C}$ 、480 $^{\circ}\text{C}$ 、470 $^{\circ}\text{C}$)
右上: 500 $^{\circ}\text{C}$ 試験片表層断面写真

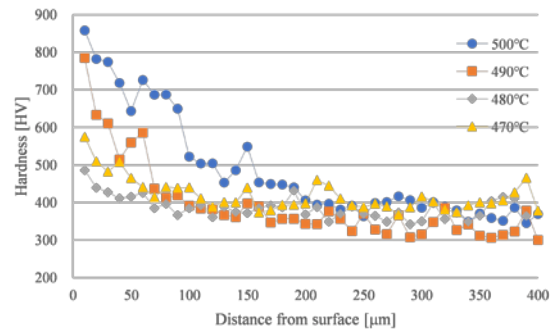


図2 深さ方向の硬さ測定

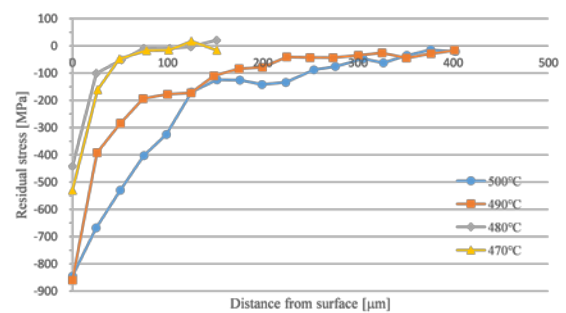


図3 深さ方向の残留応力測定

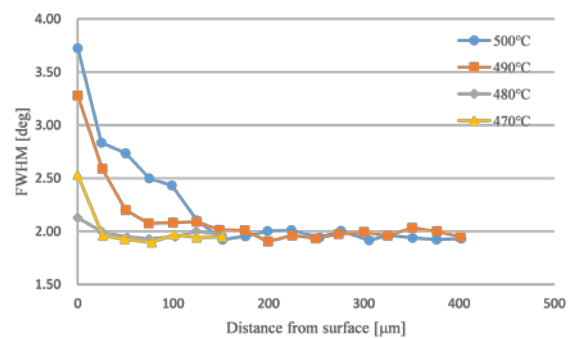


図4 深さ方向の半価幅

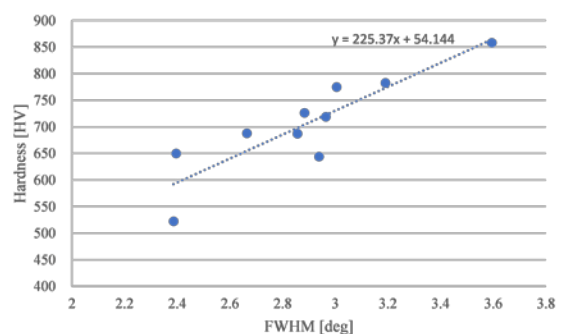


図5 半価幅と硬度の関係