

研究論文

エアブラスト前処理による窒化処理への影響

森田晃一*1、小林弘明*1、山下勝也*1、杉本賢一*1

Effect of Air Blast Preprocess on Nitriding

Koichi MORITA*1, Hiroaki KOBAYASHI*1, Yoshiya YAMASHITA*1
and Kenichi SUGIMOTO*1

Industrial Research Center *1

エアブラスト処理による鋼材表面の結晶粒を微細化が窒化処理速度に及ぼす影響を調査した。表面近傍の結晶粒の微細化により、ガス軟窒化では約2倍の厚さの窒素拡散層を得ることができたが、電子ビーム励起プラズマ(Electron Beam Excited Plasma: EBEP)窒化では窒素拡散層が小さくなる結果となった。これは結晶粒が微細化される過程において表面の金属組織が折り重なった構造が形成され、これが各窒化処理のメカニズムの違いから、窒化を促進、阻害する要因になったと考えられる。

1. はじめに

機械部品の耐摩耗性の向上や疲労破壊の防止のために表面焼入れ、浸炭焼入れ、窒化、めっき、PVDコーティングといった表面強化技術が広く使用されている。窒化処理は表面焼入れよりも寸法変化が小さく、鋼材を硬くできるため機械部品の他に金型などに利用されている。その一方で、焼入れ処理などよりも長い時間処理が必要とされる。浜石らはオーステナイト系ステンレス鋼の表面粗さ、結晶系、酸化被膜の状態を調整することで、窒化層の深さを機械加工によって調整できることを報告しており¹⁾、同じ鋼材でも表面や金属組織の状況によって窒化の進行が異なることを示唆している。そこで結晶粒を微細化し粒界を増やすことで窒素の拡散が促進されるのではないかと考えた。本研究ではエアブラスト処理により結晶粒を微細化し、窒化処理速度の向上を図ったので、その結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 エアブラスト処理

被処理材には熱間金型工具鋼 SKD61 の調質材(480HV)を用いた。材料の化学成分を表1に示す。試料寸法はφ26mm×H8mm鏡面仕上げ品を使用した。

表1 SKD61の化学成分(mass%)

C	Si	Mn	Cr	Mo	V
0.38	0.96	0.42	5.26	1.22	0.84

投射材にはガラスビーズ(550HV)、スチールビーズ

(700HV)の2種類を用いており、使用した投射材の平均粒径を表2に示す。

表2 投射材の硬度、平均粒径

試料	材料	平均粒径
G1	ガラスビーズ (550HV)	600μm
G2		130μm
G3		55μm
S1	スチールビーズ (700HV)	220μm
S2		100μm

エアブラスト処理は投射圧力 0.6MPa で 30 秒間行った。ブラスト処理後の試料について表面粗さをPGI840(TaylorHobson 製)で、残留応力を AutoMATE II(リガク製)で測定した。また、表面の結晶粒が微細化した領域の厚さを断面から金属顕微鏡 AxioObserver(ZEISS 製)によって測定した。

2.2 窒化処理

窒化処理法による影響を確かめるため、ガス軟窒化と電子ビーム励起プラズマ(Electron Beam Excited Plasma: EBEP)を利用した窒化の2種類で処理を行った。窒化処理後の試料の窒化層の厚さを金属顕微鏡による組織観察で測定、硬度分布をビッカース硬度計 MVK-G3(アカシ製)で測定した。

3. 実験結果及び考察

3.1 エアブラスト処理による微細化

図1にエアブラスト処理後の組織写真を示す。3%

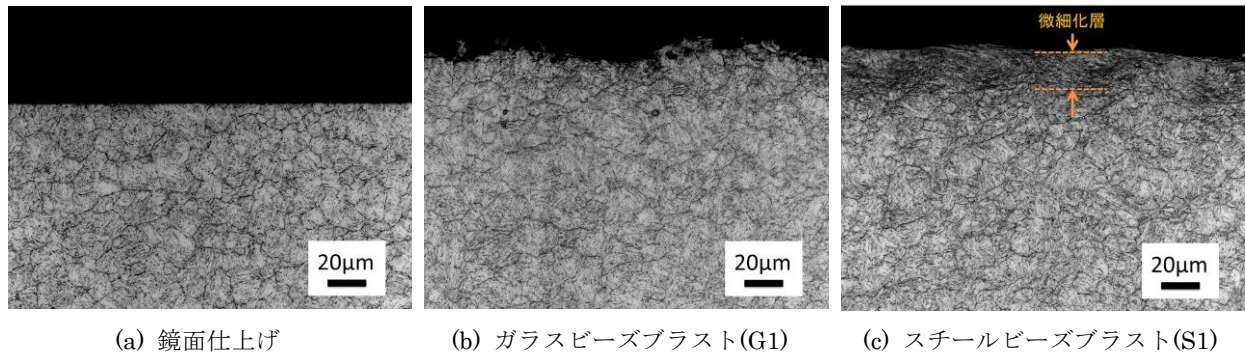


図1 ブラスト処理前後の金属顕微鏡写真

硝酸アルコール溶液でエッチングを行い、結晶粒を確認しやすくするためグレースケールで撮影を行った。結晶が細くなり、結晶粒界が密になると母材に比べてコントラストが黒くなる。ガラスビーズでブラスト処理した試料 G1、G2、G3 では、図 1(b)のように最表面は荒れるが表層と母材でコントラストに差はなく、微細化されていないと判断された。一方、スチールビーズによってブラスト処理した試料 S1、S2 では図 1(c)のように表層近傍にコントラストが見られ、結晶粒の微細化が確認された。これは被処理材の硬度がガラスビーズの硬度に近い場合、衝突時にガラスビーズが割れることで衝突のエネルギーが吸収されるためガラスビーズで処理した試料では微細化が起らなかったと考えられた。投射材の硬さや材質を適切に選択することで微細化層の形成が可能になると考えられた。

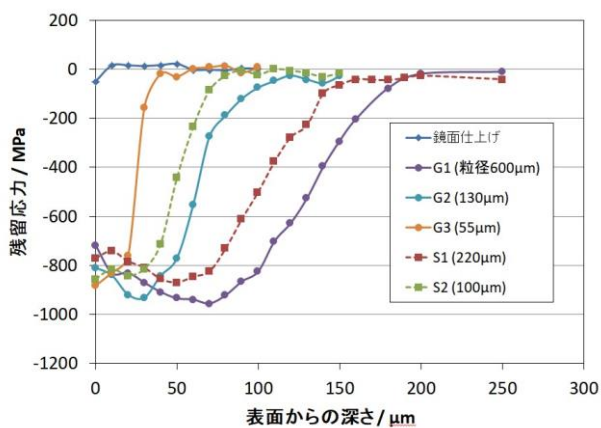


図2 ブラスト処理後の残留応力値

図 2 に表面からの深さ方向に対する残留応力の値を示す。負の残留応力は圧縮残留応力を表す。投射材の粒径が大きくなるにしたがって、深くまで圧縮残留応力が入った。スチールビーズで処理した試料 S1、S2 では約 850MPa、ガラスビーズで処理した試料 G1、G2、G3 では約 900MPa 以上の圧縮残留応力が最大で入っていた。ガラスビーズで処理した試料 G に比べてスチールビ

ズで処理した試料 S の最大残留応力値が小さくなったのは、微細化層の形成により残留応力が緩和された可能性が考えられる。表 4 にブラスト処理後の試料の微細化層の厚さ、残留応力深さ、表面粗さを示す。ここで、図 2 における残留応力の絶対値が小さくなり始める深さを残留応力深さとした。投射材の粒径が大きいものほど表面粗さ、残留応力深さが大きくなり、表面粗さは大きいものから $S1 > G1 > S2 > G2 > G3$ 、残留応力深さは $G1 > S1 > G2 > S2 > G3$ となった。

表4 ブラスト処理後の試料の状態

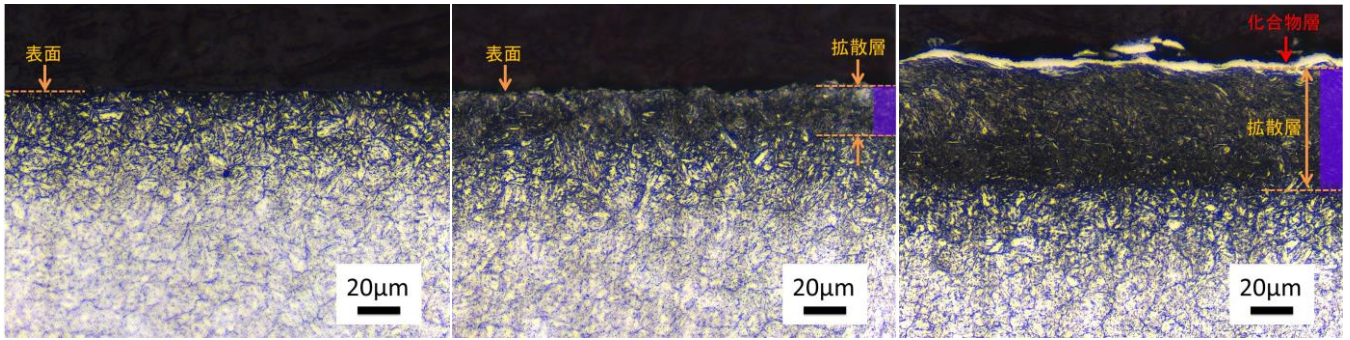
試料	微細化層	残留応力深さ	表面粗さ Ra
G1	なし	90µm	1.756
G2	なし	40µm	0.745
G3	なし	20µm	0.402
S1	20µm	70µm	2.105
S2	10µm	40µm	0.945

3.2 窒化処理

3.2.1 ガス軟窒化

図 3 にブラスト処理後にガス軟窒化した試料の金属顕微鏡写真を示す。3%硝酸アルコール溶液によるエッチングで着色される部分で窒素拡散層を確認した。鏡面仕上げ品では窒素拡散層と母材での明瞭な境界を確認できなかった。ガラスビーズでブラスト処理した試料では図 3(b)のように表層に窒素拡散層が確認され、拡散層の厚さは試料 G1 で $24 \pm 2\mu\text{m}$ 、試料 G2 では $20 \pm 1\mu\text{m}$ 、試料 G3 では $17 \pm 1\mu\text{m}$ であった。また、スチールビーズで処理し微細化層が形成した試料では図 3(c)のように、窒素拡散層だけでなく最表層に白く見える化合物層が確認され、拡散層の厚さは試料 S1 で $60 \pm 2\mu\text{m}$ 、試料 S2 で $52 \pm 1\mu\text{m}$ であった。

図 4 にガス軟窒化した試料の硬さ分布を示す。鏡面仕上げ品では深さ 10µm で硬度の減少が起きており、微細



(a) 鏡面仕上げ

(b) ガラスビーズブラスト(G1)

(c) スチールビーズブラスト(S1)

図3 ガス軟窒化後の金属顕微鏡観察写真

化のない試料 G1、G2、G3 では深さ 20~30 μm で硬さの減少がみられた。一方、微細化層のある試料 S1、S2 は深さ 50~60 μm まで硬さの減少は緩やかであった。ガス軟窒化では鏡面仕上げ品が最も窒化の進行が遅く、ブラスト処理を行うことで窒化されやすくなることが分かった。ガラスビーズでブラスト処理された G1、G2、G3 では表面粗さが大きいものほど窒素拡散層が厚くなっている。しかし、結晶粒を微細化した試料 S1、S2 を含めると、窒素拡散層の厚さは S1>S2>G1>G2>G3 の順になっており、G1 よりも表面粗さが小さい S2 にて拡散層の厚さが逆転した。以上のことからガス軟窒化では最表面層を微細化させることによって大幅に窒化速度を向上させることが明らかになった。

3.2.2 EBEP 窒化

図5にEBEP窒化処理後の金属顕微鏡観察の結果を示す。どの試料においても窒素化合物層は確認できず、窒素拡散層の厚さは鏡面仕上げ品が $37 \pm 2 \mu\text{m}$ 、ガラスビーズで処理した試料 G1 が $24 \pm 3 \mu\text{m}$ 、試料 G2 が $21 \pm 2 \mu\text{m}$ 、試料 G3 が $23 \pm 3 \mu\text{m}$ であった。また、スチールビーズで処理し微細化層を形成した試料の拡散層の厚さ

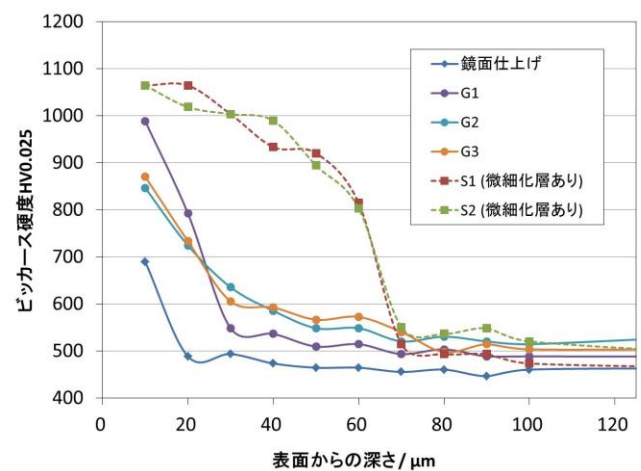
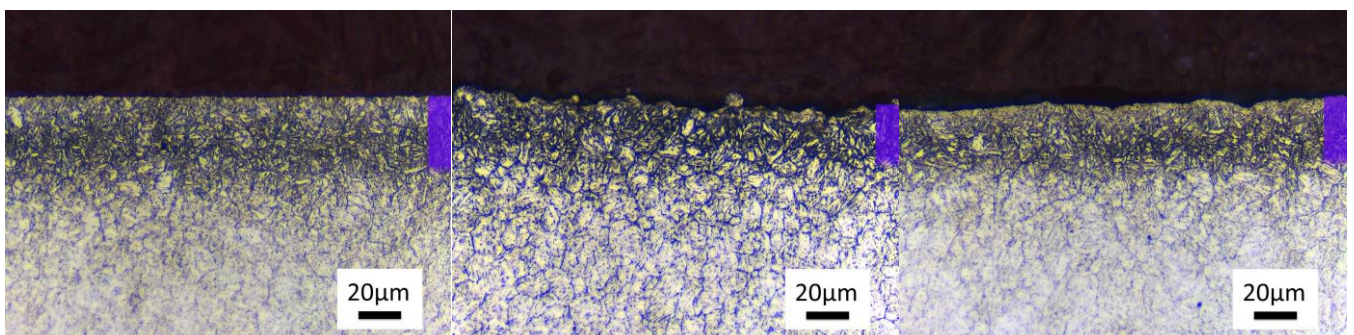


図4 ガス軟窒化後の硬さ分布

は試料 S1 で $28 \pm 2 \mu\text{m}$ 、試料 S2 が $30 \pm 3 \mu\text{m}$ であった。図6に表面粗さに対する窒素拡散層の厚さを示す。表面粗さが最も小さい鏡面仕上げ品で拡散層が最も厚くなり、ブラスト処理をした試料(試料 G1、G2、G3、S1、S2)では表面粗さと拡散層厚さに明瞭な相関は確認されなかった。



(a) 鏡面仕上げ

(b) ガラスビーズブラスト(G1)

(c) スチールビーズブラスト(S1)

図5 EBEP 窒化後の金属顕微鏡観察写真

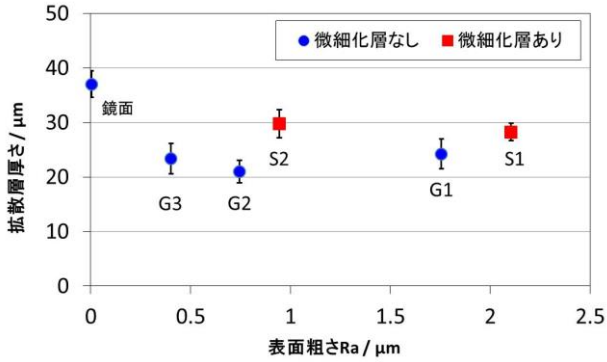


図 6 表面粗さに対する窒素拡散層厚さ

図 7 に EBEP 窒化品の硬さ分布測定の結果を示す。鏡面仕上げ品では表面から 30~50 μm にかけて硬度が落ち、ブラスト処理品(試料 G1、G2、G3、S1、S2)では 30 μm で硬度が急激に減少しており、硬度においてもブラスト未処理の鏡面仕上げ品が最も窒化が進行した結果となった。また、微細化層のある試料 S1、S2 と微細化層のない試料 G1、G2、G3 で大きな差は見られず微細化の影響は確認されなかった。

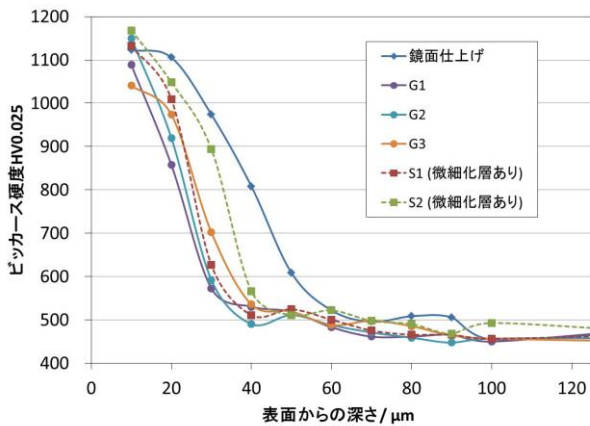


図 7 EBEP 窒化後の硬さ分布

3.3 結晶粒微細化の効果

ブラスト処理による結晶粒の微細化はガス軟窒化では窒化を促進し、EBEP 窒化では窒化を阻害するという窒化法によって効果が異なる結果となった。その原因を探るため結晶粒が微細化された試料の SEM 観察を行ったところ、表層近傍では組織が折り重なる構造となっていた(図 8)。投射材が表層に衝突することで素地に凹凸ができ、凸部に投射材が当たり伸ばされることでこのように折り重なる構造になったと考える。

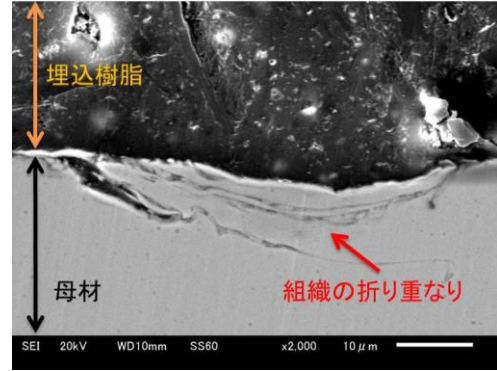


図 8 微細化後した鋼材表面の SEM 像

EBEP 窒化は、電子ビームによって窒素ガスを乖離させて窒素源を作り出し、それが鋼材表面に吸着・拡散することで窒化が進行する。そのため、最表層に空隙が存在すると窒素の拡散が妨げられ、窒化を阻害したのではないかと推察される。一方でガス軟窒化は、アンモニアが鉄を触媒として分解することで生じる窒素源が鋼材に拡散して窒化が進行する²⁾。折り重なる構造となることで表面積が大きくなり、窒素源の供給が進むため窒化を促進させたと考えられる。

4. 結び

本研究の結果は以下のとおりである。

- (1) エアブラスト処理にて鋼材表面の結晶粒を微細化させるにはガラス系の投射材ではなく、金属系の硬度の高い投射材を用いる必要がある。
- (2) ガス軟窒化処理では鏡面仕上げ品では窒化が進みにくく、表面粗さを大きくすると窒化が進みやすくなった。また、表層の結晶粒を微細化させることで飛躍的に窒化処理が進み、化合物層が形成し、微細化していない試料に比べて約 2 倍の厚さの拡散層を得た。
- (3) EBEP 窒化では鏡面仕上げ品で最も窒化が進み、ブラスト処理を行うと窒化が進みにくくなった。これは表層の組織が折り重なる構造となり、この部分で窒素の拡散が阻害されるためと考えられる。

文献

- 1) 浜石和人, 末吉秀一, 清藤純一, 中村祐三: 日本金属学会誌, **59**(2), 133(1995)
- 2) 不二越表面強化研究会: 知りたい表面強化, 106(1988), ジャパンマシニスト社