

炭素イオンを用いた水素フリー浸炭焼入れ技術の開発

所属：東京工業大学 工学院¹，日立 Astemo 株式会社²，東京工業大学 科学技術創成研究院³

氏名：○柳田敏輝¹，金野雄志^{1,2}，加藤豊大¹，稲葉宏²，赤坂大樹¹，平田祐樹³，◎大竹尚登³

要旨

鉄鋼材料の表面硬度を向上させる技術の一つに浸炭焼入れがあり、機械部材などに広く用いられているが、拡散性水素によって引き起こされる水素脆化が課題となる。本研究は、この水素脆化を抑制するために低水素含有浸炭技術を開発することを目的とし、物理気相成長法(PVD)の応用によって炭素イオンを直接真空中で打ち込む浸炭法を開発した。さらに浸炭後に直接水冷する方法を開発し、低水素含有浸炭焼入れを試みた。

1 緒言

浸炭は、鋼の表面に炭素を拡散浸透させる熱処理法であり、浸炭鋼に焼入れを行うことで高い表面硬さが得られたため、機械部材等に広く用いられている。鋼を焼入れた場合の硬さは、炭素鋼、及び低合金鋼において、含有炭素量によって決定される。従って、浸炭によって表面の炭素量を高くすることで、表面付近に硬い層を作ることができる。一方で、内部は母材の延性を保っており、比較的高い靱性を有する。焼入れ焼き戻し鋼では、表面に圧縮応力、内部に引張応力が残留するため、靱性と、耐摩耗性を両立させることができる。一方、浸炭が抱える課題に水素脆化が挙げられる。これは静的応力下において、材料がある時間経過後に突然脆性的に破壊する現象である。松本らは、熱処理後の浸炭鋼を加熱しつつ放出水素の発生状態を調べ、その結果を低歪速度引張試験の結果と照らし合わせて、比較的低温で放出される水素(拡散性水素)が遅れ破壊に関与していることを確認した [1]。浸炭法には固体やガス等を用いたものや、真空で行う手法等もあるが、現状ではこれらの浸炭法で作製した浸炭鋼中には水素を含有してしまうため[2]、水素フリーな浸炭法が開発が期待されている。

本研究の目的は、物理気相成長法(PVD法)の応用による、アークプラズマガンを用いた、水素含有量の少ない低水素含有浸炭法の開発、及び低水素含有浸炭焼入れプロセスの開発である。

2 実験方法・結果・考察

2.1 浸炭実験・浸炭層の組織観察

図1に開発した浸炭装置を示す。図2に浸炭及び冷却の熱処理履歴を示す。なお、図2には急冷と炉冷の冷却法を同時に示している。基板には焼入れ性に優れるSCM420を用いた。組織観察、硬さ試験、TDSには $10 \times 10 \times 3 \text{ mm}^3$ の基板を用い、浸炭焼入れには $10 \times 10 \times 1 \text{ mm}^3$ の基板を用いた。また、表面は#800のパフ研磨を施した。基板はパラフィン系炭化水素洗浄液1回、アセトン2回の計3回、各10min超音波洗浄した。浸炭後のサンプルはナイタルで10sエッチングし、倒立顕微鏡(ニコン製)を用いて断面マイクロ組織観察を行った。また、得られた断面マイクロ組織画像を二値化し、パーライトを赤色で表示した。

図3に基板の断面マイクロ組織を示す。赤色で表示した部分がパーライトであり、浸炭組織である。表面から深さ方向に、赤色で表示したパーライトが減少していることがわかる。従って、深さ方向に炭素濃度の勾配があると推定される。また、アークプラズマガンの放電電力、放電回数を大きくすると赤色で表示したパーライトが増加したことから、アークプラズマガンを用いた浸炭法では、浸炭量の制御が可能であることが示唆される。

2.2 機械的特性 -ピッカース硬さ試験-

浸炭層の評価には、マクロピッカース試験を用いた。ピッカース硬さ試験は、正四角錐のダイヤモンド圧子を試料表面に押し付けてできた圧痕の大きさによって硬さ値を測定する硬さ試験である(JIS Z 2244, 2009)。ピッカース硬さ試験にはマイクロピッカース Micro WiZhard(ミットヨ製)を用い、荷重は100gfとした。

図4に硬さ試験の結果を示す。浸炭を行った基板は、いずれも未処理基板よりも硬くなっていることがわかる。また、深さが深くなるにつれて硬さ値が低くなることから、断面マイクロ組織(図3)と照

らし合わせることで、浸炭によって基板表面付近でフェライトがパーライト化し、硬さ値が高くなっていることが確認される。なお、ガス浸炭基板は800HV以上を有しているが、これは浸炭焼入れを行っているためであり、その組織はマルテンサイトである。

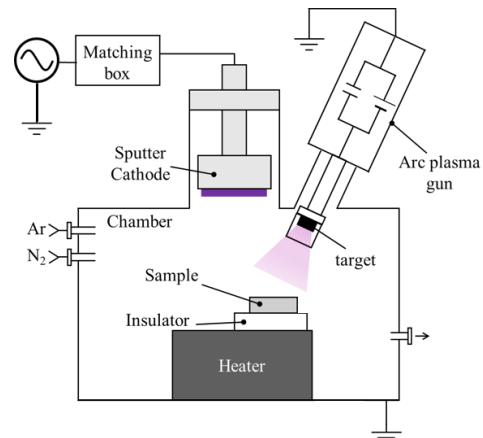


図1. 浸炭用装置のモデル

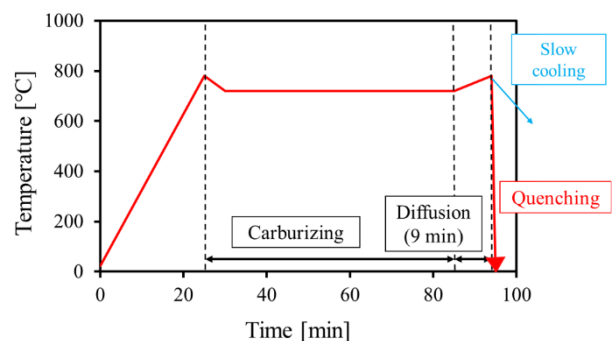


図2. 浸炭時の熱処理プロセス

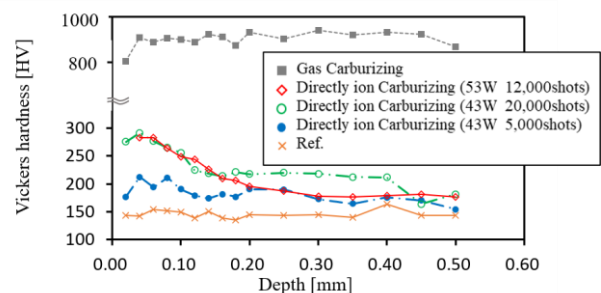


図4. マイクロピッカース硬さ試験の結果

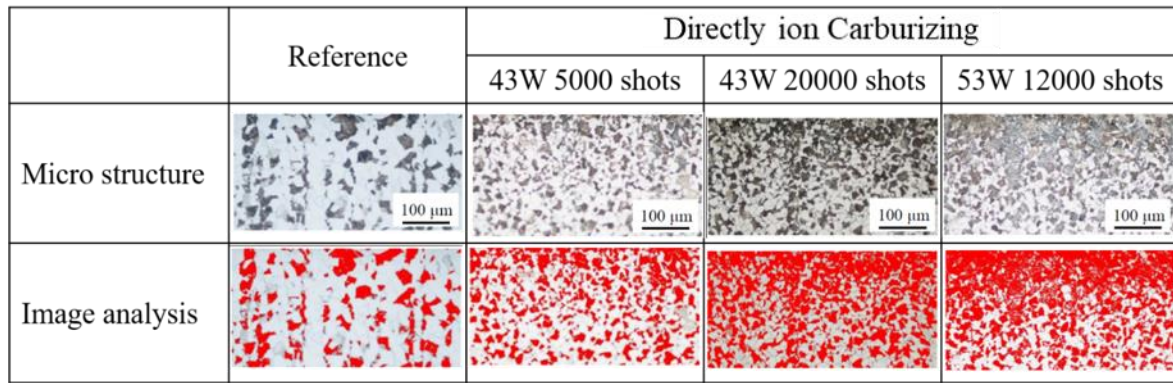


図3 断面観察結果

2.3 含有水素量 -昇温脱離法 (TDS)-

昇温脱離法は、試料を加熱することで脱離して出てくる原子、分子の脱離速度を測定する手法であり、試料表面及び内部の原子、分子の吸着、吸蔵状態を解析することが可能で、浸炭品の水素量を調べるのにも用いられている[1]。本研究では、TDS に昇温脱離ガス分析装置 TDS1200(電子科学製)を用いた。測定温度は試料表面温度で 50℃~600℃であり、昇温速度はステージ制御温度で 30℃/min、測定質量は $m/z=199$ とした。

図 5 に TDS の結果を示す。本研究で開発した低水素含有浸炭法による水素シグナル曲線はバックグラウンドの曲線に近く、拡散性水素量を検出限界付近にまで抑制できていることがわかる。

以上から、本研究で開発した浸炭法によって、拡散性水素の導入を実質的にゼロに抑制でき、低水素含有浸炭法の開発に成功したと言える。

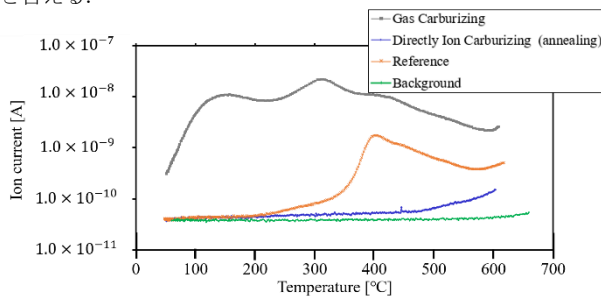


図 5. TDS による水素量測定結果

2.3 急冷装置の開発・急冷実験

次に、浸炭組織をマルテンサイト化するために急冷実験を行った。図 1 の浸炭装置を改良した急冷装置及び急冷機構を図 6 に示す。真空チャンバー下部にはゲートバルブが設けられており、これら上下 2 つのバルブをリレー式に開閉することによってチャンバー内を真空に保ったまま基板をチャンバー外に搬出し、直接水冷

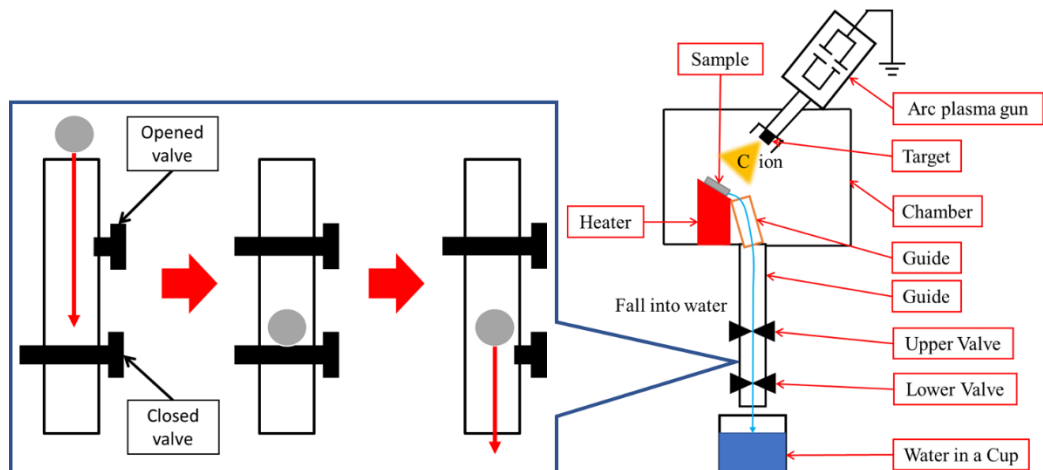


図 6. 開発した浸炭焼入れ装置のモデルと実際の写真及び、チャンバー内真空を保ちつつ基板を搬出する機構

できる仕様となっている。浸炭はアークプラズマガンの放電電力を 13.4 W、放電回数を 5000 回、基板バイアスをフロート、チャンパー内圧力を 2.0×10^{-3} Pa にして行った。本実験では、約 5 s の時間内に、ゲートバルブを通じて基板を直接水中へと落下させることにより、急冷を行った。

上原らは SCM420 の TTT 線図及び CCT 線図より、約 5 s 以内に急冷を行えばベイナイト変態領域に入らずにマルテンサイト変態を開始できると報告している[3]。本実験で作製したサンプル基板は、急冷直前の基板の温度は A1 変態点である 727℃を超えており、かつ 5 s 以内での急冷にも成功していることから、マルテンサイト変態が起こったものと推定できる。

3 結言 -低水素含有浸炭・急冷装置-

- ・ PVD 法により、TDS の検出限界付近まで拡散性水素量を抑制した、実質的に水素フリーな低水素含有浸炭法を開発し、その浸炭過程を明らかにした。
- ・ PVD 法による浸炭法と急冷機構を組み合わせることで、低水素含有浸炭焼入れ法の開発に成功した。今後この装置を用いて急冷実験を進めていく。

謝辞

指導教員及び研究室の皆様には多大な協力、助言をいただきました。また、本研究は日立 Astemo 株式会社との共同研究であることを記して感謝申し上げます。

参考文献

- [1] 松本齊, 中里福和, 榎田隆弘, 鉄鋼材料の遅れ破壊と拡散性水素との関係, 住友金属, Vol.48, No.4, 1996, pp.128-131
- [2] 原井哲, 天野宏地, 知りたい材料・熱処理講座⑥「浸炭と炭化」, NACHI-BUSINESS news, Vol.9 D1, 2005
- [3] 上原紀興, 磯川憲二, 田中良治, 柳谷敏夫, 低歪浸炭用鋼の特性について, 電気製鋼, 第 53 巻, 第 1 号, 1982, pp.19-25