

# ガス窒化ポテンシャル制御により形成される ステンレス鋼の拡張オーステナイト相

中村 紀夫、高木 眞一（機械・材料技術部 材料物性グループ）

## 1. はじめに

医療や食品関連の金属製品等に多用されているオーステナイト系ステンレス鋼は耐食性に優れる反面、硬さが低く、耐摩耗性に劣る欠点がある。そこで耐摩耗性を付与するための表面硬化熱処理として、窒化処理を施す場合がある。しかし、ステンレス鋼の表面には窒素の侵入を阻害する不動態皮膜が存在するので、通常ガス窒化での窒化は困難である。著者らはこれまでガス窒化を阻害する不動態皮膜の除去方法を検討した結果、酸による電解処理が有効であることを見出した<sup>1)</sup>。

ステンレス鋼に500℃以上の高温で行う窒化処理を施すとクロム窒化物が生成し、表面硬度は著しく上昇するが、耐食性が著しく劣化することが知られており、この問題の解決に450℃以下の低温で窒化処理を施し、拡張オーステナイトを生成させることが有効であることも知られている<sup>2)</sup>。

近年、ガス窒化時の水素およびアンモニアガスの分圧を計測し窒化ポテンシャルを制御する技術が注目されている。そこで本稿ではオーステナイト系ステンレス鋼に施される低温ガス窒化について種々の条件で窒化ポテンシャルを変化させ、形成される拡張オーステナイトについて調査した結果を報告する。

## 2. 実験方法

試験片は SUS316 の  $\phi 30$  丸棒から切り出した厚さ 5mm の円盤である。ガス窒化の前処理には耐水研磨紙#400 で研磨後に酸を用いた電解処理を施した。ガス窒化条件は 420℃-20h と 400℃-45h、窒化ポテンシャル（以下  $K_N$ ）は 2.0 と 1.0 である。ガス窒化後の結晶構造を X 線回折装置（Philips 製 X'Part）および電子線後方散乱回折装置（Oxford instruments 製 Aztec HKL）を用いて評価を行った。また、金属組織、窒素濃度分布および硬さを、それぞれ光学顕微鏡、電子線励起のエネルギー分散型 X 線分析（Oxford instruments 製 Aztec energy）、マイクロビッカース硬さ試験機（マツザワ MMT-X3A）を用いて評価した。

## 3. 結果および考察

図 1 に各条件においてガス窒化後の表面の X 線回折結果を示す。ガス窒化後にはオーステナイトの (111) および (200) の回折ピークは低角度側にシフトしている。つまり面間隔が大きくなっており、窒素の侵入により結晶構

造がオーステナイトのまま結晶格子が膨張した拡張オーステナイトが形成していると考えられる<sup>3)</sup>。しかし、各回折ピークのシフト量と処理温度および  $K_N$  の間に明瞭な相関は見られなかった。

図 2 に各条件においてガス窒化後の金属組織写真を示す。400℃と 420℃では処理時間がそれぞれ 20h と 45h と異なることから、処理温度が高いほど、 $K_N$  が高いほど形成される拡張オーステナイトは厚くなる。母相の組織を現出するためのエッチングを行った結果、いずれの拡張オーステナイトも母相と比較して著しい耐食性の劣化は見られなかった。また、400℃- $K_N$ 1.0 においては拡張オーステナイト層の内部に多数のすべり線が見られる。他の条件においても図 2 の金属組織写真の視野には見られないが、わずかにすべり線が観察された。

図 3 に 420℃- $K_N$ 2.0 でガス窒化後の断面方向からの電子線後方散乱回折装置による分析結果を示す。(a) に示す窒素が分布している領域が形成された拡張オーステナイトの領域である。(b) に示すバンドコントラストは電子線回折図形が明瞭なほど白色となるように示した図である。拡張オーステナイト内はバンドコントラストが暗く、電子線回折図形は不明瞭である。このことから拡張オーステナイト中に多量の格子ひずみが含まれることが示差される。

(c) の結晶方位マップ中に白矢印で示す結晶粒内において、表面から内部に向かって結晶方位が薄い水色から青色に変化しており、格子ひずみもたらす塑性変形によって方位変化が起きていることを示している。(d) に示す結晶相マップから表面層はオーステナイトと同じ面心立方格子のままであることがわかる。

次に各条件においてガス窒化後の表面における窒素濃度とマイクロビッカース硬さを表 1 に示す。各試料の表面について任意に 10 点を選び測定を行っている。窒素濃度の表面からの分析深さはモンテカルロ法による電子線侵入深さのシミュレーション結果から約 2  $\mu$ m である。また、マイクロビッカースの圧痕の対角長さや深さの関係から、荷重 25gf で押し込み深さは約 2  $\mu$ m であり、分析深さと硬さ測定の深さはほぼ対応している。 $K_N$ 2.0 の試料については平均硬さで 1000HV を超える硬さを示した。 $K_N$ 1.0 は  $K_N$ 2.0 と比較して低い硬さを示し、特に 400℃で処理した試料については平均硬さで 628HV と他の試料よりも明白に低い値を示した。一方、窒素濃度のばらつきの範囲は大きいものの平均濃度は各試料において大きな差異は見ら

れない。つまり、窒素濃度と硬さの値に明瞭な相関は認められないことから、硬さの上昇は窒素濃度だけでは説明できないことが判った。したがって、拡張オーステナイトの硬さ増加の機構については侵入した窒素による格子ひずみ以外の因子についても検討する必要がある。

#### 4. おわりに

オーステナイト系ステンレス鋼に種々の条件で窒化ポテンシャルを変化させたガス窒化を施し、形成される拡張オーステナイトの評価を行った結果、以下の知見を得た。

- (1) X線回折結果より、拡張オーステナイトの生成を示す回折ピークのシフトが認められたが、回折ピークのシフト量と処理温度および $K_N$ との相関は明瞭でなかった。
- (2) 金属組織観察より処理温度が高いほど、 $K_N$ が高いほど形成される拡張オーステナイトは厚くなる。
- (3) 形成される拡張オーステナイト内には多数のひずみを含んでおり、侵入した窒素による格子ひずみにより同じ結晶粒内で方位変化を起こしている。
- (4) 形成される拡張オーステナイトの硬さは1000HVを超える値を示したが、硬さ値は窒素濃度だけでは説明できないことが判った。

#### 【謝辞】

低温ガス窒化処理に多大なるご協力をいただいた株式会社オーネックスの伊藤経教氏に感謝いたします。

#### 【参考文献】

1. N. Nakamura and S. Takagi, KISTEC Annual Research Report, **1**, 7-9 (2018)
2. S. Thaiwatthana, X. Y. Li, H. Dong and T. Bell, *Surf. Eng.*, **18**, 433-437 (2002)
3. K. Ichii, K. Fujimura and T. Takase, *Technol. Rep. Kansai Univ* **27**, 135-144 (1986).

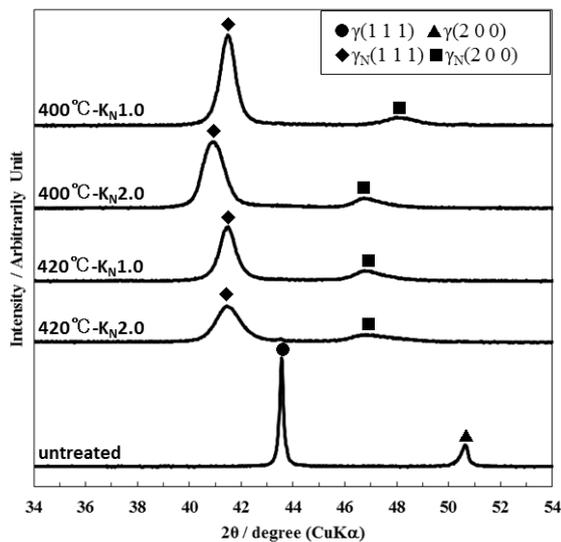


図1 各条件においてガス窒化後の表面のX線回折結果

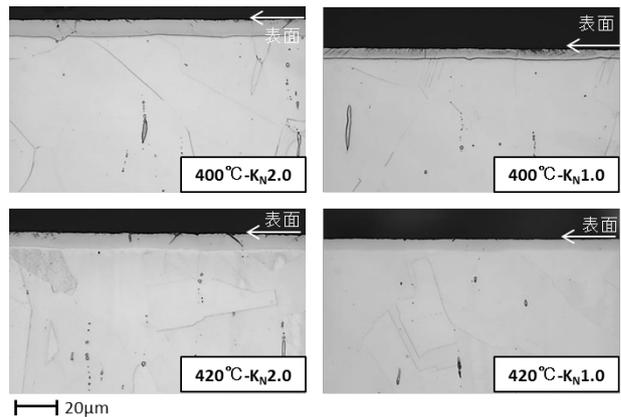


図2 各条件においてガス窒化後の金属組織写真

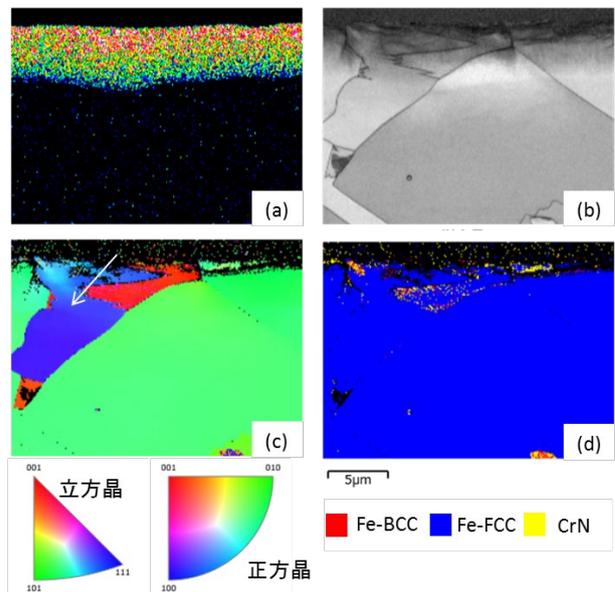


図3 電子線後方散乱回折による分析結果

((a)窒素分布, (b)バンドコントラスト, (c)結晶方位マップ, (d)結晶相マップ)

表1 各条件においてガス窒化後の硬さと窒素濃度

処理条件	420°C- $K_N$ 2.0	420°C- $K_N$ 1.0	400°C- $K_N$ 2.0	400°C- $K_N$ 1.0
硬さ範囲 (0.025HV)	884-1233	738-1070	1003-1212	473-895
10点平均硬さ (0.025HV)	1041	937	1107	628
窒素濃度範囲 (at%)	15.4-21.8	14.9-21.3	15.7-22.5	13.5-21.48
10点平均濃度 (at%)	17.5	18.2	19.0	17.0