

オーステナイト系ステンレス鋼に対する 低温プラズマ窒化・浸炭処理

Low Temperature Plasma Nitriding and Carburizing for Austenitic Stainless Steel

榮川 元雄* 上田 順弘*
Motoo Egawa Nobuhiro Ueda

(2011年7月11日 受理)

キーワード：S相, オーステナイト系ステンレス鋼, プラズマ窒化, プラズマ浸炭, 耐食性

1. はじめに

SUS304, SUS316に代表されるオーステナイト系ステンレス鋼は耐食性, 靱性, 冷間加工性に優れた高機能性の鋼材として幅広い用途に用いられている。しかし, オーステナイト系ステンレス鋼は硬度が低く耐摩耗性に劣るといった欠点があるため, 過酷な摩擦にさらされる用途に用いられることは少ない。ここで, オーステナイト系ステンレス鋼に表面硬化処理を施すことにより硬度と耐摩耗性を改善することができれば, その用途はさらに拡大すると考えられる。

窒化処理は鋼部品の表面から窒素を拡散させて高硬度の窒化物を形成することにより硬化させる手法であり, オーステナイト系ステンレス鋼にも適用できることが従来から知られていた¹⁾。一方で, 形成された窒化層の耐食性が元のステンレス鋼に比べて著しく劣化するという欠点があった。窒化層の耐食性が低下するのは, 窒化層内のクロムと窒素が窒化物として析出し, 固溶クロム量が減少した結果, 窒化層の表面に安定な不動態皮膜が形成できなくなるためである。

しかしながら, 400℃程度の低い処理温度で窒化処理を施すと, 窒化層内にクロム窒化物が析出せず, オーステナイト系ステンレス鋼に匹敵する耐食性を備えた窒化層(S相)が形成されることが, 市井²⁾やBellら³⁾によって発見された。

S相あるいは拡張オーステナイト相(extended austenite)と呼ばれるこの新しい硬化層は, 低温窒化処理だけではなく, 低温浸炭処理によっても形成されることが後に発見された。S相の形成による表面硬化法は当初, 優れた耐食性と表面硬度を両立できる手法として注目されたが, 現在のところ実際の製品に応用された事例は多くない。その理由として, S相の特性に未知の部分が多いこと, 元のステンレス鋼と比べて耐食性が劣化する場合があること, 厚い硬化層を得るには長時間の処理が必要となること, などが挙げられる。

当研究所では, 低温窒化処理や低温浸炭処理によるS相の形成は優れた耐食性と高い硬度を両立させることのできる画期的な手法であると考え, 長年にわたって研究を継続してきた。特に, 地域新生コンソーシアム研究開発事業「革新的低温表面熱処理技術とステンレス鋼の耐食・耐摩耗部材開発」(平成18~19年度), および戦略的基盤技術高度化支援事業「小物部品のバレル式プラズマ浸炭・窒化大量処理システムの開発研究」(平成20~22年度)では, 企業や大学との共同研究によりS相の形成機構に関して新たな知見が得られ, また実部品への応用においても大きな成果を得ることができた。

本論文では, 表面処理層における炭素と窒素の拡散挙動に関する考察と, 実部品への応用例として耐震補強金具締結用のタッピンねじに対する適用事例を紹介する。

* 機械金属部 金属表面処理系

2. 表面処理層における窒素と炭素の拡散挙動

低温プラズマ窒化処理により形成されたS相(以下、窒化S相)と低温プラズマ浸炭により形成されたS相(以下、浸炭S相)は、どちらも耐食性に優れた表面硬化層である点は共通しているが、最大硬度や変形能などの特性には違いがみられる。これまでのS相に関する研究では窒化S相と浸炭S相について個別に調査した報告が多く、窒化S相と浸炭S相の両方について調査し比較した報告はあまりない。

我々は、窒化S相と浸炭S相を比較し、両者の共通点と差異を明らかにすることによって、S相に関する理解が深まると考え、データの蓄積を図ってきた。ここでは、S相における炭素と窒素の濃度分布曲線に関する考察と、窒化S相と浸炭S相の形成機構の違いについて紹介する。

2.1 実験方法

実験には SUS304 と SUS316 の 2 種類の鋼材を用いた。それぞれの鋼材の化学組成を表 1 に示す。25 × 50 × 5 mm の板状の鋼材を鏡面仕上げし、試験片とした。

プラズマ処理は、DC (直流) プラズマ浸炭・窒化装置を用いて施した。プラズマ窒化処理では $N_2 : H_2 = 80 : 20$ のプロセスガスを、プラズマ浸炭処理では

$CH_4 : H_2 : Ar = 5 : 45 : 50$ のプロセスガスを 1.0 L/min の流量でベルジャー内に導入した。プラズマ処理中のベルジャー内の圧力は 667 Pa とした。

プロセスガス導入後、試験片を陰極として 300 V 程度の直流電圧を印加し、グロー放電によるプラズマを発生させた。試験片はグロー放電により加熱されるが、試験片に直接挿入した熱電対により試験片温度を測定し、所定の温度となるようプラズマ電流をフィードバック制御した。この状態で一定時間保持することにより、プラズマ窒化処理あるいはプラズマ浸炭処理を施した。プラズマ処理の終了後は、グロー放電とプロセスガスの供給を停止し、試験片を自然冷却した。

プラズマ処理後、光学顕微鏡を用いて表面層の断面ミクロ組織を観察した。試験片の一部を切断し、樹脂に埋込み研磨後、マーブル液(硫酸銅飽和水溶液と塩酸の等量混合液)を用いてエッチングし、ミクロ組織を観察した。また、グロー放電発光分析装置(GDS, Glow discharge spectrometer, 株式会社リガク製 System 3860)を用いて炭素と窒素の深さ分布を測定した。

2.2 実験結果と考察

2.2.1 処理温度による窒化層・浸炭層の組織変化

(1) 窒化層の組織変化と窒素濃度分布

図 1 に種々の処理温度で 4 時間のプラズマ窒化処理を施した SUS304 と SUS316 の断面ミクロ組織を示す。

SUS304 の場合、703 K 以下の窒化温度では窒化層

表 1 試験片の化学成分

| 鋼種 | 化学成分 (mass%) | | | | | | | |
|--------|--------------|------|------|-------|-------|------|------|------|
| | C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr | Mo |
| SUS304 | 0.06 | 0.04 | 0.94 | 0.037 | 0.003 | 8.3 | 18.8 | 0.21 |
| SUS316 | 0.04 | 0.70 | 0.94 | 0.030 | 0.003 | 10.2 | 17.0 | 2.34 |

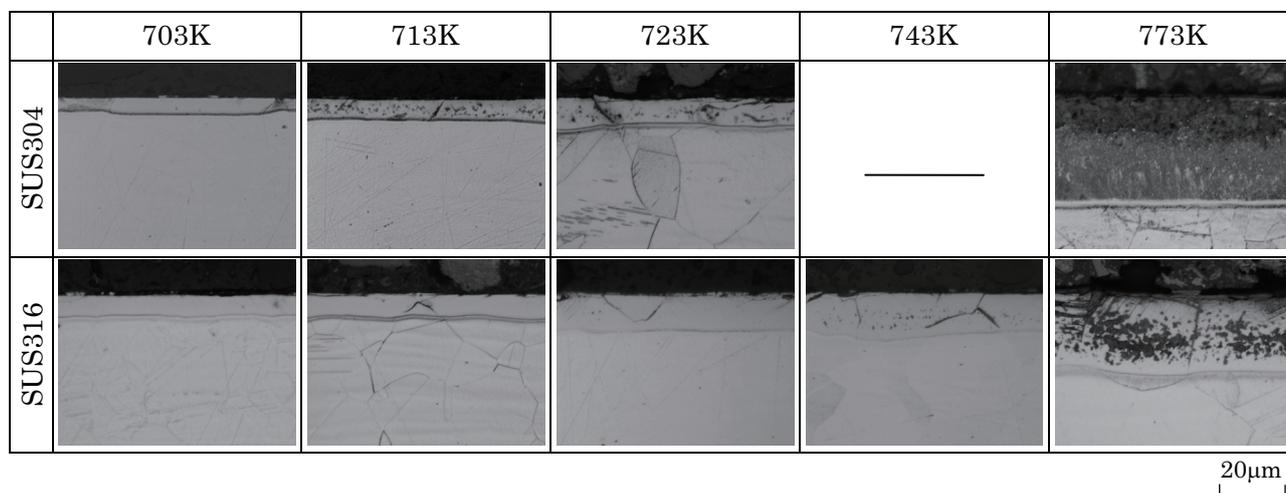


図 1 4 時間のプラズマ窒化処理を施した SUS304 と SUS316 のミクロ組織

は白い組織として観察された。窒化層が白く観察されるのはマーブル液で腐食されなかったためであり、耐食性に優れた窒化層が形成されていることを示している。713 K以上の処理温度では窒化層内に黒色の組織が現れている。組織観察において黒色を呈するのはマーブル液で腐食されたためであり、窒化層の耐食性が劣化していることを示している。特に773 Kで形成した窒化層は全体が黒灰色にエッチングされており、耐食性の劣化が著しい。

SUS316の場合も、703 K以下では耐食性の高い窒化層が形成され、窒化層は白い組織として観察された。713 K以上の処理温度で窒化層内に黒色組織が現れるのはSUS304と同様であるが、713～723 Kでは黒色組織は窒化層内の結晶粒界に沿ってのみ現れ、743 K以上で結晶粒内にも黒色組織が表れはじめる。

窒化処理温度が高いほど厚い窒化層が形成できるが、処理温度を高くしすぎると耐食性の低い窒化層が形成されてしまう。このため、耐食性が劣化しはじめる温度（遷移温度）はS相を効率的に形成するために

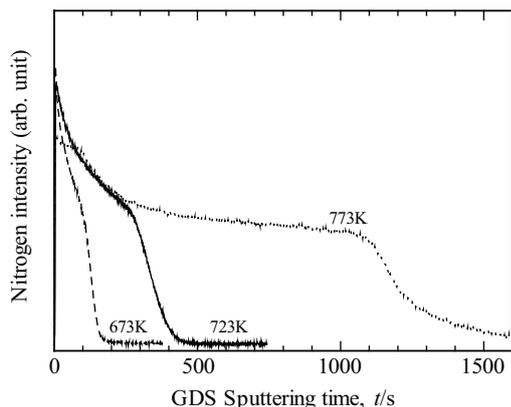


図2 GDSにより測定した窒化層の窒素濃度分布 (SUS304)

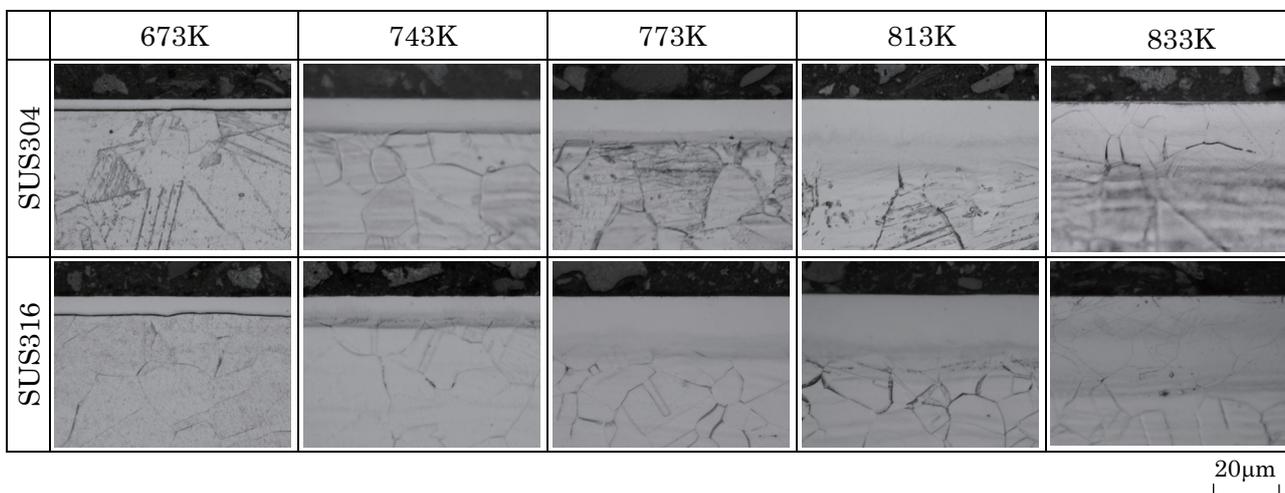
重要な要素である。以上の結果から、SUS304の遷移温度は703～713 K、SUS316の遷移温度は結晶粒界では703～713 K、結晶粒内では723～743 Kと求められる。SUS316の遷移温度がSUS304より高いのは、Moの添加によりオーステナイト相が安定化しており、耐食性が高いためであると考えられる。

図2に、GDSにより測定したSUS304の窒化層における窒素濃度の深さ分布の一例を示す。X軸とY軸はそれぞれGDS測定におけるスパッタリング時間と窒素の発光強度であるが、X軸は試料表面からの深さ、Y軸は窒素濃度とみなすことができる。図2から、いずれの窒化条件においても窒素濃度は表面からの深さの増加にしたがって減少しているが、窒素濃度の減少は単調ではないことがわかる。すなわち、窒素濃度は最表面で最大の値を示した後、深さの増加にしたがい減少するが、一旦ある窒素量に漸近し、その後急減して芯部の窒素濃度に至る。一旦ある窒素量に漸近する現象は、窒化層が厚くなる高温処理時において、より顕著に観察される。

(2) 浸炭層の組織変化と炭素濃度分布

図3に種々の処理温度で4時間のプラズマ浸炭処理を施したSUS304とSUS316の断面マイクロ組織を示す。SUS304の場合、673 Kあるいは743 Kでは浸炭層と母相の境界は明瞭であるが、浸炭温度の上昇にしたがい、両者の境界は不明瞭になる。また、673 Kから813 Kの間では浸炭層は白い組織として観察されており、耐食性に優れていることがわかる。一方、833 Kでは浸炭層内の結晶粒界に沿って黒い組織が、また最表面近傍に灰色の組織が現れており、耐食性が低下していることが確認できる。

SUS316の場合もSUS304と同様に、813 K以下では浸炭層は白い組織として観察されているが、833 K



20μm

図3 4時間のプラズマ浸炭処理を施したSUS304とSUS316のマイクロ組織

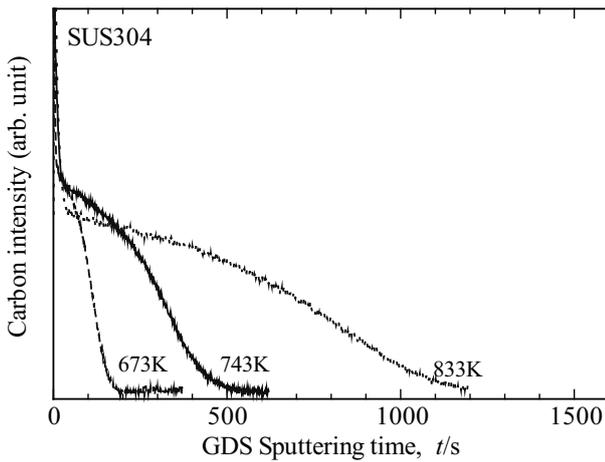


図4 GDSにより測定した浸炭層の炭素濃度分布

では結晶粒界に沿って黒い組織が現れており、浸炭温度の上昇にしたがい浸炭層の耐食性が低下していることが確認できる。

以上のことから、浸炭層内に耐食性の劣る組織が形成されはじめる遷移温度は、SUS304、SUS316ともに813～833 Kであると考えられる。ただし、同じ833 Kでも、SUS316の方がSUS304よりも黒い組織の割合が少ない。これはSUS316の耐食性がSUS304よりも高いことが原因であると考えられる。

図4に、GDSにより測定したSUS304の浸炭層における炭素濃度の深さ分布を示す。図2と同様に、X軸は試料表面からの深さ、Y軸は炭素濃度と読み替えることができる。図4に示した炭素の濃度分布は、最表面のごく近傍において炭素濃度が高くなっていることを除けば、浸炭層から母相にかけて炭素量がなだらかに減少しており、図2に示した窒化層における窒素分布のような、一旦ある値に漸近してから再び減少するような現象は認められない。

2.2.2 浸炭層の炭素濃度分布と窒化層の窒素濃度分布の差異とその要因

図2に示した窒化層における窒素濃度の深さ分布は、窒素濃度が一旦ある値に漸近した後、再び減少していた。これに対して図4に示した浸炭層における炭素濃度は深さに対してなだらかに減少していた。このように、同じプラズマ処理であっても、窒化処理と浸炭処理では拡散元素の濃度分布が大きく異なっている。本節では、窒化処理と浸炭処理における拡散元素の濃度分布の形成要因について検討する。

(1) 浸炭層における炭素濃度分布の形成要因

低温プラズマ浸炭処理は拡散熱処理の一種であり、雰囲気から鋼の表面に流入した炭素は拡散現象によって移動する。鋼中の炭素の拡散は次式に示すFickの

第2法則に従う。

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (2.1)$$

ここで、 C は炭素濃度、 x は表面からの深さ、 t は時間、 D は炭素の拡散係数である。浸炭処理前の鋼の炭素濃度は C_0 で一定(すなわち $t=0$ ですべての x に対して $C=C_0$)とする。

さらに、浸炭処理の開始後、最表面の炭素濃度は C_s ($C_s > C_0$)まで直ちに上昇し、以降、浸炭終了まで一定であるとした。

$$C = C_s \quad (x = 0, t > 0) \quad (2.2)$$

ここで、式(2.1)の拡散方程式を解くには、浸炭により生成したS相と母材のオーステナイト系ステンレス鋼における拡散係数をそれぞれ与える必要がある。通常、拡散係数は

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.3)$$

で表される温度依存性を持っている。 Q は活性化エネルギー ($\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$)、 R は気体定数 ($8.31447 / \text{J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$)、 T は温度 (K)、 D_0 と Q は母相と拡散原子の組み合わせによって決まる値である。オーステナイト相中における炭素の拡散係数は低合金鋼への浸炭処理に関する研究において詳細に検討されており、温度依存性だけではなく、炭素濃度に対する依存性を示すことが知られている⁴⁾。次式は、1950年のC. Wellら⁵⁾の実験データに基づいて高田ら⁴⁾が求めた近似式である。

$$D = \exp(-0.64 - 1.58c) \exp\left(\frac{0.33c - 1.88}{T} \times 10^4\right) \quad (2.4)$$

ここで、 c は炭素濃度 (mass %) である。

ここでは、(1) 低合金鋼中の炭素の拡散係数がオーステナイト系ステンレス鋼中の炭素の拡散にも適用できる、(2) 母材のオーステナイト系ステンレス鋼と浸炭によるS相は炭素量が異なるだけの同一のオーステナイト相である、の2点を仮定し、母材と浸炭S相の双方に対して(2.4)式の拡散係数を適用した。

(2.2)～(2.4)式の境界条件の下で(2.1)式を差分近似し⁴⁾、コンピューター計算により求めた炭素濃度分布を、GDSによる測定値とあわせて図5に示す。なお、図5のX軸はGDS測定におけるスパッタリング時間であり、またY軸はGDS測定における炭素の発光強度である。したがって、図5に示した計算値の炭素濃度分布曲線は、一旦無次元化してから、GDSによる濃度分布曲線に重ね合わせたものである。図5からは、拡散方程式から求めた炭素濃度分布が、GDSによる測定結果とよく一致していることがわかる。

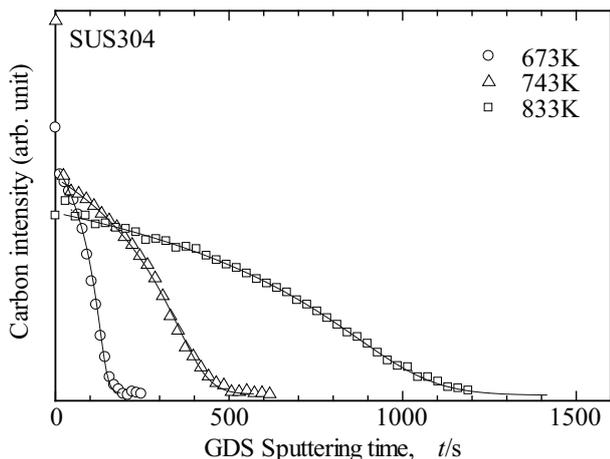


図5 炭素の濃度分布曲線
計算値(実線)とGDSによる測定値の比較

以上のように、プラズマ浸炭処理における炭素濃度分布曲線の形状は、浸炭S相内における炭素の拡散係数に、オーステナイト相における既知の拡散係数を適用することにより説明できた。このことから、浸炭S相は母相のオーステナイト系ステンレス鋼に近い性質を持っていることが示唆される。同様の結果は他の研究者によっても報告されている⁹⁾。

(2) 窒化層における窒素濃度分布の形成要因

2.2.1で述べたように、窒化層における窒素濃度分布は最表面の近傍では深さの増加にしたがって減少するが、一旦ある窒素量に漸近し、その後再び芯部の窒素濃度まで減少する複雑な挙動を示した。ここでは、こうした挙動を示す要因について検討する。

図6に模式的に示すように、溶質濃度の増加によって新たな相が形成されるような表面拡散熱処理の系を考える。ここで、 x は表面からの深さ、 C は溶質濃度を表す。熱処理前の材料はI単相で溶質濃度は一定(すなわち $t=0$ ですべての x に対して $C=C_{initial}$)とする。また、I相とII相の界面における溶質原子の平衡濃度はI相では C_I 、II相では C_{II} (ただし $C_{II} > C_I$)とする。また、最表面における溶質濃度は熱処理の開始後直ちに雰囲気との平衡濃度 C_S に達するとする。

$$C = C_S \quad (x = 0, t > 0) \quad (2.5)$$

I相とII相における溶質原子の拡散は次式のフィックの第2法則に従う。

$$\frac{\partial C_I}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D_I \frac{\partial C_I}{\partial x} \right), \quad x > x_B \quad (2.6)$$

$$\frac{\partial C_{II}}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D_{II} \frac{\partial C_{II}}{\partial x} \right), \quad x < x_B \quad (2.7)$$

ここで、I相とII相における拡散係数 D_I と D_{II} に濃度依存性がないと仮定すると、以上の拡散方程式の解は

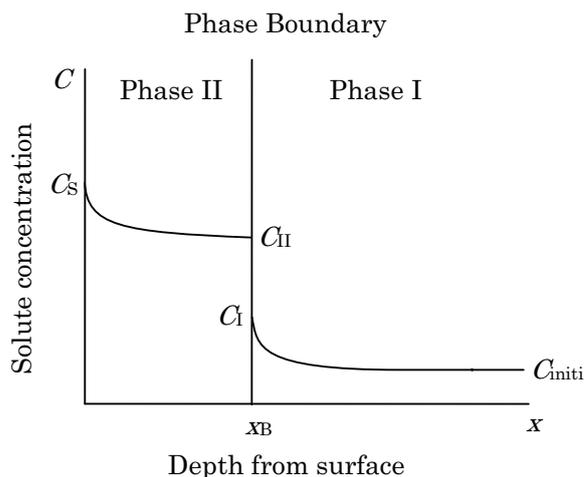


図6 拡散型の表面熱処理における溶質元素の濃度分布

$$C_I = C_{initial} + A_1 \left(1 - \operatorname{erf} \frac{x}{2\sqrt{D_I t}} \right), \quad x > x_B \quad (2.8)$$

$$C_{II} = C_S - A_2 \operatorname{erf} \frac{x}{2\sqrt{D_{II} t}}, \quad x < x_B \quad (2.9)$$

となる。ここで、 erf は次式の誤差関数で定義される⁷⁾。

$$\operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{D_I t}} \right) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^{\frac{x}{2\sqrt{D_I t}}} e^{-\eta^2} d\eta \quad (2.10)$$

また、 A_1 および A_2 は

$$C_I = C_{initial} + A_1 \left(1 - \operatorname{erf} \frac{x_B}{2\sqrt{D_I t}} \right) \quad (2.11)$$

$$C_{II} = C_S - A_2 \operatorname{erf} \frac{x_B}{2\sqrt{D_{II} t}} \quad (2.12)$$

を満たす定数である。

この解による濃度分布曲線の形状は、I相とII相の拡散係数が異なる場合、あるいはI相とII相の平衡窒素濃度が異なる場合に図6に模式的に示したような形状となるが⁸⁾、これは、窒化S相で観察された窒素濃度分布曲線の形状によく似ている。低温における窒化処理で生成されるのはS相であり化合物層ではないが、窒素濃度分布における屈曲点の存在は、窒化S相が母相と同じ相であるとはみなせないことを示唆している。Makishiら⁹⁾は、Ni合金に対するプラズマ窒化処理において、窒化温度が低い場合には、窒素の過飽和固溶体中に窒素と合金元素からなるG. P. ゾーン(Guinier- Preston zone)が形成され、マトリックスに大きな格子歪みが形成されると述べているが、オーステナイト系ステンレス鋼に対する低温プラズマ窒化処理においても同様の現象が起こっていると考えられる。

(3) 窒素による炭素の Push-ahead 現象

また、窒化による S 相の形成では、窒化層における炭素の再分布が観察された。図 7 に窒化層における窒素と炭素の濃度分布を示す。図 7 からは、窒化層と母材との間に炭素の濃化領域が現れ、また、窒化層中の炭素濃度が母材よりも低くなっていることがわかる。窒化層の深部の炭素濃化領域は、元のオーステナイト系ステンレス鋼に含まれていた炭素が移動することにより形成されたものであると考えられる。辻川ら¹⁰⁾は、オーステナイト系ステンレス鋼に窒化処理を施した場合に表面から拡散してきた窒素が鋼中の炭素を深部に押し込んで窒化層の下部に炭素濃化領域を形成する、「Push-ahead 現象」について報告している。同様の現象は他の研究者によっても報告されている¹¹⁾。

Push-ahead 現象による炭素の再分布は次のような機構によるものと考えられている。炭素と窒素は、ともにオーステナイト系ステンレス鋼に対する侵入型の拡散元素である¹²⁾。炭素と窒素は格子間位置の中でもより安定的なクロム原子近傍の格子間位置を占めようとするが¹³⁾、炭素よりも窒素のほうがクロムとの親和性が強い¹⁴⁾ため、窒化処理の進行によってステンレス中の窒素量が多くなると、拡散してきた窒素がクロム近傍の安定位置から炭素を追い出し、かわりにこの安定位置を占めてしまう。追い出された炭素は、窒素濃度の低い方、すなわちより深い領域に移動し、その結果、窒化層の深部に炭素の濃化領域が形成される¹⁰⁾。

(4) 浸炭 S 相と窒化 S 相の相違

ここまでの結果から、浸炭 S 相と窒化 S 相とは本質的に異なっていることがわかる。まず、浸炭 S 相における炭素の拡散はオーステナイト相における炭素の拡散として記述できるが、これは浸炭 S 相が母相のオーステナイト系ステンレス鋼に近い特性を備えていることを示している。一方、窒化 S 相における窒素の濃

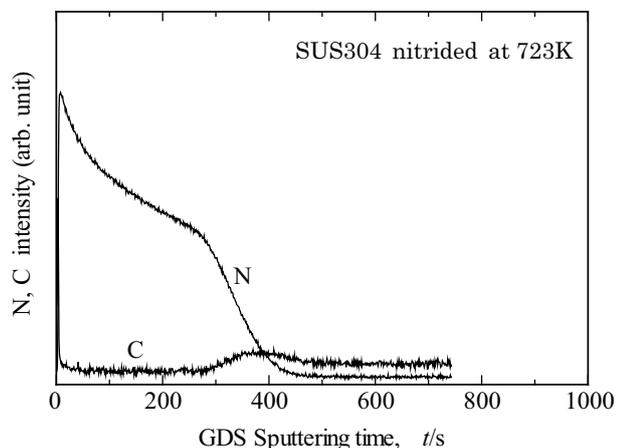


図 7 窒化層における窒素と炭素の濃度分布

度分布は、窒化 S 相と母相のオーステナイト系ステンレス鋼が異なる相であると考えることにより説明できる。さらに、窒素が炭素を押しやる Push-ahead 現象はクロム近傍の安定サイトとの親和力の差異に起因していた。

すなわち、浸炭 S 相中では炭素が比較的自由に拡散しており、浸炭 S 相の性質は母相のステンレス鋼に近いが、窒化 S 相中の窒素はクロムなどと相互作用を及ぼしながら拡散しており、窒化 S 相は化合物相に似た性質を備えていると考えられる。

2.2.3 プラズマ窒化とプラズマ浸炭の複合処理

前節では、プラズマ窒化処理により鋼中の炭素が窒化層の深部に押込まれる現象について述べたが、本節では、この現象を応用した表面硬化層の硬度分布の改善について述べる。

プラズマ窒化処理によって S 相を形成する場合、1100 HK を超える最大硬度が得られるが、比較的薄い硬化層しか形成できない。一方、プラズマ浸炭では窒化処理よりも厚い硬化層を得ることができるが、最大硬度は 800 HK 程度にとどまる。ここで、浸炭処理と窒化処理を組み合わせることにより、両者の長所を合わせ持った複合硬化層の形成について検討した。

SUS316 を供試材として、4 時間の窒化処理 (以下 4N と表す)、4 時間の浸炭処理 (以下 4C)、2 時間の浸炭処理のあと 2 時間の窒化処理 (計 4 時間) の複合処理 (以下 2C2N) をそれぞれ施した。処理温度はいずれも 673 K である。

図 8 に試料の断面ミクロ組織を示す。4N、4C、2C2N いずれの処理でも表面層は白い相として観察されており、耐食性の高い表面層が形成されていることがわかる。また、表面層の厚さは 4N で約 5.9 μm 、4C

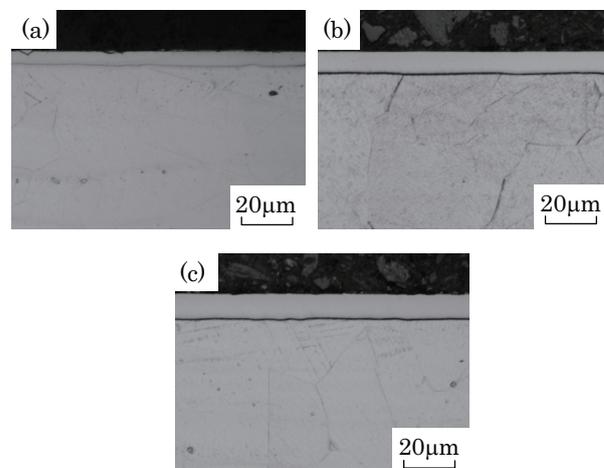


図 8 複合処理層のミクロ組織
(a) 4 時間窒化 (4N)、(b) 4 時間浸炭 (4C)
(c) 2 時間浸炭後、2 時間窒化 (2C2N)

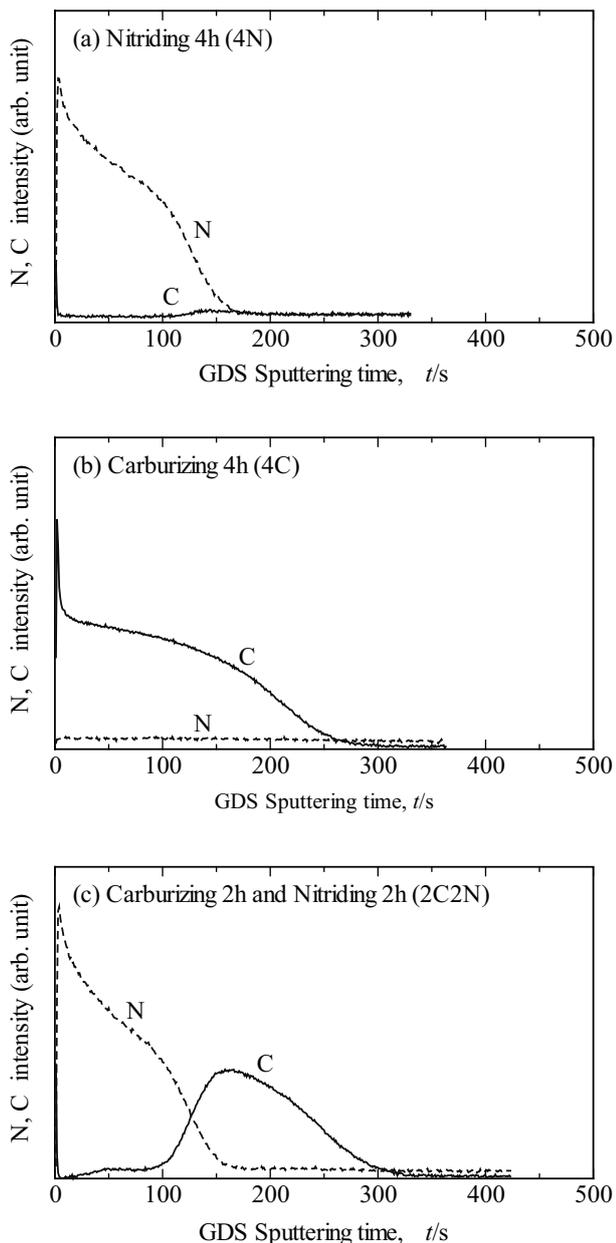


図9 複合処理層のGDS濃度分布 (a) 4N, (b) 4C, (c) 2C2N

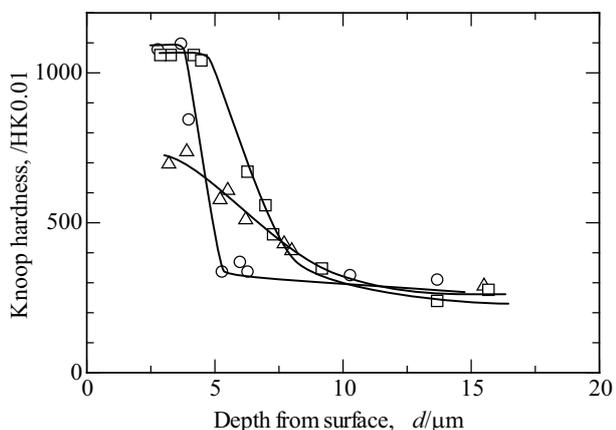


図10 ヌープ硬度分布 ○ 4N, △ 4C, □ 2C2N

で約 9.7 μm, 2C2N で約 11.1 μm であり, 浸炭と窒化の複合処理 (2C2N) において, 表面硬化層が最も厚くなった。

図9に, GDSにより測定したそれぞれの試料の炭素と窒素の濃度分布曲線を示す. 図9(c)に示すように, 複合処理では, より多くの炭素を窒化層の奥に押し込むことができている。

図10にそれぞれのヌープ硬度分布を示す. 4Nの試料の硬度は最表面で約 1080 HK0.01の最大値を示した後, 窒化層と母相の界面までほぼ同じ硬度のまま推移し, 窒化層と母相の界面において急激に低下している. また, 4Cの試料の硬度は最表面近傍で 800 HK0.01の最大値を示した後, 浸炭層内で徐々に低下した. 一方, 浸炭と窒化の複合処理層 (2C2N) では窒化層内で約 1050 HK0.01の最大硬度を示し, 浸炭層の内部で徐々に硬度が低下した. 以上のことから, 浸炭と窒化の複合処理が, 1000 HK0.01を超える最大硬度と硬化層-母材界面におけるなだらかな硬度プロファイルを両立させるために有効な手法であることが確認できた。

3. 耐震補強金具締結用ねじに対する適用

地域新生コンソーシアム研究開発事業および戦略的基盤技術高度化支援事業においては, 実部品へのS相の応用に関しても多くの成果が得られた. ここでは, 耐震補強金具締結用のタッピンねじに適用した結果について紹介する。

近年, 住宅の耐震性の向上を図るため, 木造家屋の構造体の結合に耐震補強金具が採用されることが多くなっている. 耐震補強金具の締結には釘やタッピンねじが用いられるが, 焼入鋼製のタッピンねじは韌性に劣るため, 地震の揺れや衝撃により破断するおそれがあり, 高韌性のタッピンねじの開発が求められている. また, ねじの頭部が腐食すると締結力が失われるため, 特に腐食が懸念される締結部位には, 耐食性に優れたタッピンねじを用いる必要がある。

こうしたニーズに対応してオーステナイト系ステンレス鋼製のタッピンねじが開発されたが, 硬度が低いために硬い木材にはねじ込むことができず, その使用範囲は限られていた。

そこで, オーステナイト系ステンレス製のタッピンねじに低温プラズマ窒化処理および低温プラズマ浸炭処理を適用することによりS相を形成させ, 硬度と耐食性に優れた表面層を備え, 韌性に優れた芯部構造をあわせ持つ新しいタッピンねじの開発を行った。

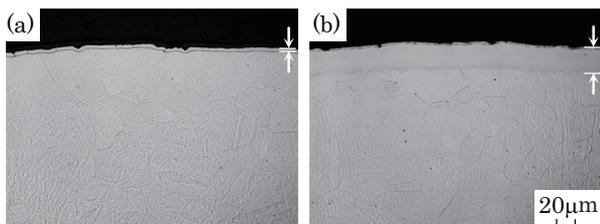


図 11 SUSXM7 製タッピンねじのマイクロ組織 (a) 窒化, (b) 浸炭

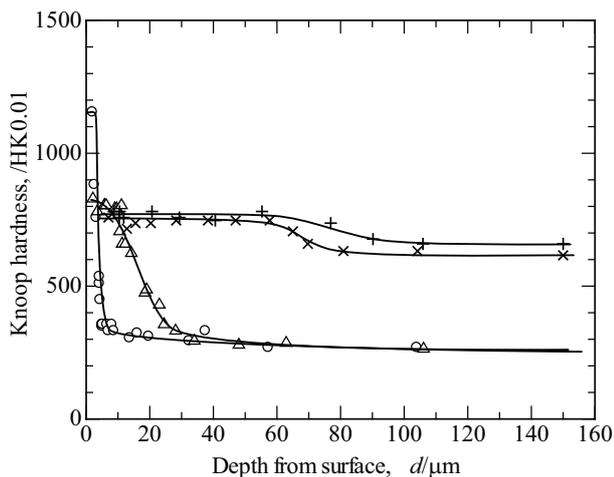


図 12 タッピンねじのヌープ硬度分布 (a) SUSXM7 窒化 (○), (b) SUSXM7 浸炭 (△) (c) SUS410 焼入れ (+), (d) SWRCH18A 浸炭焼入れ (×)

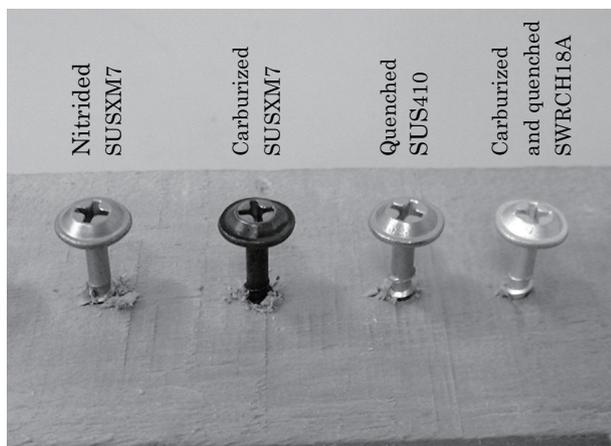


図 13 ねじ込み試験結果

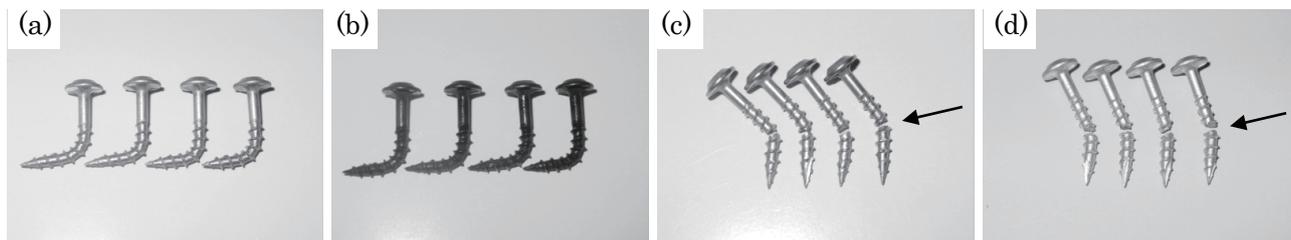


図 14 曲げ試験結果 (a) SUSXM7 窒化, (b) SUSXM7 浸炭, (c) SUS410 焼入れ, (d) SWRCH18A 浸炭焼入れ

図 11 にプラズマ窒化処理と浸炭処理を施した SUSXM7 製のタッピンねじの断面マイクロ組織を示す。窒化層の厚さは約 $3.5 \mu\text{m}$ 、浸炭層の厚さは約 $27 \mu\text{m}$ であった。

図 12 に窒化処理と浸炭処理を施したタッピンねじの硬度分布を示す。なお、比較のため、従来品のマルテンサイト系ステンレス SUS410 製と、浸炭焼入れを施した炭素鋼線材 SWRCH18A 製のタッピンねじの硬度を併せて示す。窒化処理を施した SUSXM7 製タッピンねじの硬度は最表面近傍で 1155 HK0.01 の最大値を示し、表面から約 $4 \mu\text{m}$ の深さの母相・窒化層界面で急激に低下している。また、浸炭処理を施した SUSXM7 製タッピンねじは最表面の近傍で 800 HK0.01 の最大硬度を示した後、深さ約 $25 \mu\text{m}$ の母相界面まで徐々に硬度が低下している。

一方、SUS410 製のタッピンねじは、最表面において最大硬度 780 HK0.01 を示した後、約 $120 \mu\text{m}$ の深さまで硬度が徐々に低下し、芯部の硬度は $550 \sim 600 \text{ HK0.01}$ であった。また、浸炭焼入れを施した SWRCH18A 製のタッピンねじは最表面において最大硬度 758 HK0.01 を示し、約 $80 \mu\text{m}$ の深さまで徐々に硬度が低下し、芯部の硬度は $540 \sim 570 \text{ HK0.01}$ であった。

図 13 に木材へのねじ込み試験の結果を示す。SUSXM7 製窒化ねじおよび SUSXM7 製浸炭ねじは、従来品と同様に木材にねじ込めており、プラズマ処理により表面に形成された窒化層と浸炭層が木材へのねじ込み性に関して十分な表面硬度を有していることが確認できた。

図 14 に曲げ試験後のタッピンねじの外観写真を示す。SUSXM7 窒化ねじと SUSXM7 浸炭ねじはともに 90° まで曲げても破断せず、亀裂の発生も認められなかった。一方、SUS410 製のタッピンねじは約 45° で、SWRCH18A 製浸炭ねじは約 35° まで曲げた時点で破断しており、試作した SUSXM7 窒化ねじと SUSXM7 浸炭ねじが従来品と比べて高い変形能と靱性を備えていることが確認できた。

以上のように、SUSXM7 窒化ねじと SUSXM7 浸炭ねじは、従来の焼入鋼製のタップねじと同等のねじ込み性を有し、かつ従来品の欠点であった変形能と韌性の低さを大幅に改善することができた。

なお、地域新生コンソーシアム研究開発事業および戦略的基盤技術高度化支援事業では、湿式バレルめっき¹⁵⁾の手法をプラズマ窒化・浸炭処理に応用した、バレル式プラズマ処理装置を開発に取り組み、タップねじに対するプラズマ処理のコストを大幅に低減させることに成功しており、当研究所では、製品の実用化に向けた研究開発に引き続き取り組んでいる。

4. まとめ

オーステナイト系ステンレス鋼に対する低温窒化および浸炭処理による S 相の形成は、優れた耐食性と硬度および耐摩耗性を両立させる画期的な手法である。しかも、従来のオーステナイト系ステンレス鋼に対して窒素や炭素というありふれた元素を拡散させるのみで硬化層を形成できるため、希少金属資源の確保が懸念される現在、その技術的な意義は大きい。

以上のように、オーステナイト系ステンレス鋼への低温プラズマ窒化処理および低温プラズマ浸炭処理は、環境負荷が非常に小さい手法であり、当研究所では、当該技術の普及に向けて、さらに研究を継続したいと考えている。

参考文献

- 1) 山中久彦：「イオン窒化法」日刊工業新聞社 (1976) 51.
- 2) K. Ichii, K. Fujimura and T. Takase: Technology Reports of Kansai University, **27** (1986) 135.
- 3) Z. L. Zhang and T. Bell: Surface Engineering, **1**, 2 (1985) 131.
- 4) 高田寿, 井上毅, 金子晃司, 十代田哲夫: 神戸製鋼技報, **32**, 4 (1982) 66.
- 5) C. Wells, W. Batz and R. F. Mehl: Trans. AIME, **188** (1950) 553.
- 6) F. Ernst, A. Avishai, H. Kahn, X. Gu, G. M. Michal and A. H. Heuer: Metallurgical and Materials Transactions, **40A**, 8 (2009) 1768.
- 7) G. H. Geiger and D. R. Poirier: Transport phenomena in Metallurgy, Addison-Wesley publishing company (1973) 307.
- 8) G. H. Geiger and D. R. Poirier: Transport phenomena in Metallurgy, Addison-Wesley publishing company (1973) 490.
- 9) Takashi Makishi and Kazuhiro Nakata: Metallurgical and Materials Transactions A, **35A** (2004) 227.
- 10) M. Tsujikawa, D. Yoshida, N. Yamauchi, N. Ueda, T. Sone and S. Tanaka: Surface & Coatings Technology, **200** (2005) 507.
- 11) A. Leyland, D. B. Lewis, P. R. Stevenson and A. Matthews: Surface and Coatings Technology, **62** (1993) 608.
- 12) 日本金属学会 編：「金属物性基礎講座 第1巻 金属物性入門」, 丸善 (1977) 122.
- 13) K. Oda, N. Kondo and K. Shibata: ISIJ int., **30**, (1990) 625.
- 14) M. Murayama, K. Hono, H. Hirukawa, T. Ohmura and S. Matsuoka: Scripta Materialia, **41**, 5 (1999) 467.
- 15) 近藤昭博：表面技術, **58**, 11 (2007) 620.