

高濃度プラズマ窒化による加工誘起マルテンサイトのオーステナイト化

芝浦工業大学 デザイン工学部
教授 相澤 龍彦
(平成 28 年度 外国人養成助成 AF-2016051)

キーワード：低温プラズマ窒化，加工誘起マルテンサイト，オーステナイト変態

1. 研究の目的と背景

SUS304 に代表されるオーステナイト系ステンレス鋼は、プレス製品としてきわめて広く利用されている。せん断加工など、局所的な強ひずみを加えることで、その部位には、加工影響層として、オーステナイト相から加工によって変態したマルテンサイト相が形成される¹⁾。この加工誘起マルテンサイト化は、当然のことながら、せん断加工のみで生じるのではなく、板厚減少率の大きい圧延プロセス、多段にわたる順送プレス成形など、広範囲の加工環境で生じる。この相変態は、外部からの圧縮塑性加工により、もとのオーステナイト結晶構造がゆがめられ、その格子変形ゆえに、fcc 構造が bct 構造に構造変化したことにより誘起される。例えば、強圧延条件では、圧延方向に集合組織を形成しつつ、マルテンサイト相が増大し、板厚減少率がきわめて大きくなると、ほぼフル・マルテンサイトになる²⁾。

低温プラズマ窒化プロセス³⁾は、表面処理で広く使用されている高温プラズマ窒化と異なり、保持温度 400°C 以下で窒素原子を拡散させるため、鉄あるいはクロムの窒化物を析出せず、窒素の過飽和プロセスで高硬度化がはかれる。これまでは文献⁴⁾にあるように海外の研究を中心に成果が蓄積されてきた。それらの研究で使用されているプラズマシステムが、低温プラズマ特性を記述するために適切でないことも次第に明らかになりつつある⁵⁾。特に、低温における過飽和窒素固溶プロセスに伴う相変態・結晶組織微細化などの特徴は、これまでほとんど論じられていなかった。

本研究は、著者らが提唱・開発してきた高密度プラズマ窒化システム⁶⁾を用い、400°C 4 時間で SUS304 板材に表面から 70 μm の窒化層形成に成功した。窒化物は全く生成せず、過飽和窒素固溶のみで表面硬度、1800HV を実現した。特に興味深いのは、フル・マルテンサイト組織ならびに強圧延下での集合組織は消失し、オーステナイト相に逆変態するとともに、過飽和窒化し、4 時間後には、過飽和マルテンサイト相と過飽和オーステナイト相が 2 相組織化したことであり、材料科学的にも、産業応用上も興味深い。加えて、当該プラズマ窒化により、均一な窒化層が形成される。

2. 実験方法

試験材料としては、調質した SUS304 材を板厚減少率 90% まで強圧延したフル・マルテンサイト相の SUS304 試験片を作製した。これを図 1 に示す実験体系で、高密度プラズマ窒化処理 (400°C, 70Pa, 窒素-水素混合ガス, 4 時間) を施した。処理後、各種機器分析により構造解析・特徴分析を行った。

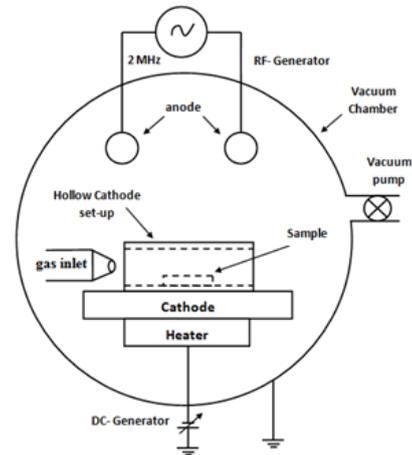


図 1 ホローカソードを用いた低温プラズマ窒化装置。

3. 実験結果と考察

低温プラズマ窒化後の試料表面を清浄後、アルゴンスパッターした後の試料表面の XRD 分析を行った。図 2 に結果を圧延前・圧延後の XRD 解析結果も含めて示す。

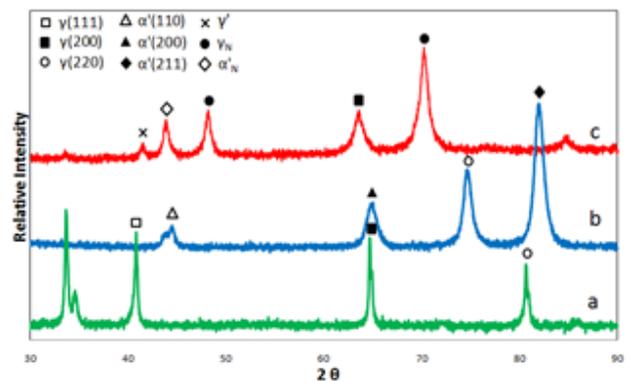


図 2 XRD 解析結果。a は圧延前、b は圧延後、c は低温プラズマ窒化処理後。

図2において、圧延前・圧延後のXRD解析結果を比較すると、SUS304のオーステナイト相がほとんどすべてマルテンサイト相へと加工誘起変態していることがわかる。次に、低温プラズマ窒化後では、このマルテンサイト相が元のオーステナイト相に逆変態し、さらに過飽和窒化により格子膨張したオーステナイト相に変化していることがわかる。図3に試料断面における微細組織を示す。400°C、4時間の低温短時間のプラズマ窒化においても、約70μm厚の均一な窒化層が形成されている。また表面での最大窒素濃度も9mass%に達している。

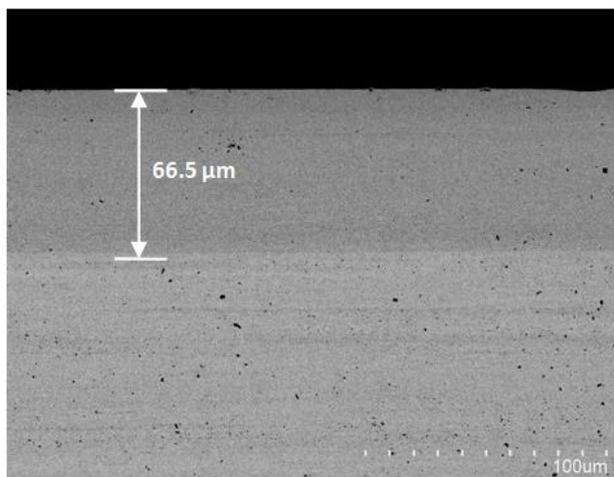


図3 窒化処理したSUS304試験片断面の微細組織。

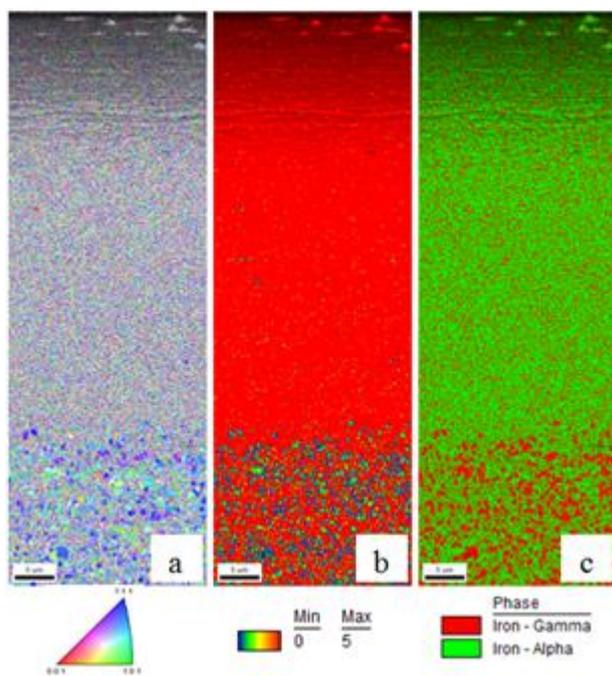


図4 詳細なEBSD解析結果。

圧延後の組織の特徴である集合組織が完全に消失するとともに、結晶粒径も圧延組織の平均粒径1.9μmからEBSD解析限界の0.1μmまで微細化している。以上より、低温プラズマプロセスの特徴が、逆変態と組織微細化によって記述できることがわかった。

4. 研究業績

助成期間中の研究業績を以下に示す。

・学術論文（審査付き論文）5件

- 1) A. Farghali, T. Aizawa, Strain induced phase transformation from martensitic to austenitic phases by nitrogen solid solution. Proc. 10th SEATUC Conference OS06 (2016) 25/1 – 25/4.
- 2) A. Farghali, T. Aizawa, Phase transformation induced by high nitrogen content solid solution in the martensitic stainless steels. Materials Transaction 58 (2017) 697-700.
- 3) A. Farghali, T. Aizawa, T. Yoshino, High nitrogen concentration on the fine grains austenitic stainless steels. Proc. 11th SEATUC Conference OS06 (2017) 4/1 – 4/5.
- 4) T. Aizawa, A. Farghali, Low temperature plasma nitriding of pure iron sheets. Proc. 11th SEATUC Conference OS06 (2017) 8/1 – 8/6.
- 5) A. Fraghali, T. Aizawa, Nitrogen supersaturation process in the AISI420 martensitic stainless steels by low temperature plasma nitriding. ISIJ International 58 (3) (2018) 401-407.

・国内講演発表 2件

- 1) A. Fraghali, T. Aizawa, Phase transformation from martensitic to austenitic phases via the high nitrogen solute concentration. 日本塑性加工学会秋季講演会論文集 (2017) 17–18.
- 2) A. Fraghali, T. Aizawa, T. Yoshino, Heterogeneous structuring of austenitic stainless steels via the low temperature plasma nitriding. 日本塑性加工学会・春季講演会論文集 (2017) 125–126.

謝 辞

本研究を推進するにあたり、機器分析に吉野研究員（榊小松精機工作所）、黒住氏（芝工大）の助力を得た。なお本研究の一部は公益財団法人天田財団の外国人養成助成（AF-2016051）により遂行された。ここに記して深甚な謝意を表します。

参考文献

- 1) 白鳥智美：博士論文（首都大学東京・大学院）(2017)。
- 2) T. Sugimoto, et al., Aichi-Industrial Science and Technology Center Report. (2016) 2-5.
- 3) T. Katoh, T. Aizawa, Manufacturing Review 2 (2016) 13-18.
- 4) H. Dong, Int. Mater. Reviews 55(2) pp. 65-98, 2010.
- 5) T. Aizawa, T. Yoshino, Proc. 12th SEATUC Conference (2018) (in press).
- 6) 相澤龍彦, 杉田良雄, 芝浦工業大学研究報告理工系. 57-1(2013) 1-10.