

強切削加工した Nb 添加肌焼鋼のガス浸炭における  
表面炭素濃度低下現象に関する研究

2013 年 1 月

博士（工学）

江藤 裕

豊橋技術科学大学

機能材料 工学専攻		学籍番号	099202	指導 教員	梅本 実
申請者 氏名	江藤 裕				戸高 義一

## 論文要旨 (博士)

論文題目	強切削加工した Nb 添加肌焼鋼のガス浸炭における表面炭素濃度低下現象に関する研究
------	---

(要旨 1,200 字程度)

自動車部品では生産性向上や製造コスト低減するために、冷間鍛造によるニアネットシェイプ化や、その後の高負荷切削加工、また高温浸炭などが試みられている。しかしながら、冷間鍛造部品や高温浸炭を行う多くの部品においては、ガス浸炭中に旧オーステナイト結晶粒の粗大化による強度低下が起こる可能性がある。そこで旧オーステナイト結晶粒の粗大化を防ぐために、Nb, Ti, Al 等のマイクロアロイが添加されている。しかし、このようなマイクロアロイを添加した鋼材に対して、切削加工を行うことによるガス浸炭への影響については知見がないのが実情である。本研究では、強切削（シビア）加工を施した部品の浸炭におよぼす Nb の微量添加の影響について研究した。

まず、Nb の添加されていない鋼（SCM420）では起こらないが、Nb 添加鋼（SCM420Nb）において、加工速度（もしくは過酷さ）が増すにつれて、浸炭後の表面炭素濃度（Cs）が著しく低下する現象を見出した。また、表層を除去した後ガス浸炭すると Cs は正常な値に回復することから、Nb 添加鋼における Cs の異常低下は機械加工により作られる表層の強加工層と関連があることを見出した。この Cs の異常低下について、系統的な研究により素材硬さや加工条件（切込み量、周速、送り速度）の影響を明らかにした。その結果、加工条件と比べて素材硬さの Cs への影響は小さいことを見出した。また、Nb 添加鋼において、Cs は切削動力の対数の増加とともにほぼ直線的に減少することを見出した。Nb 添加肌焼き鋼において Cs の異常低下を回避するために、①表層の強加工層を除去する②ガス浸炭前に大気中で約 600℃で酸化処理を行う方法が効果的であることを示した。

Nb 添加鋼での Cs の低下における Cr の影響に関して、Cr 添加量の増加に伴い、Cs が低下することを見出した。さらに、ESCA (XPS) による調査で、Cs の低い試料において、より強い Cr 酸化物のピークを示した。このことから、Nb 添加鋼において観察された Cs の異常低下は浸炭の初期段階で生成した Cr 酸化層が原因であることを提案した。これは、Nb 炭窒化物が加工によって作られた格子欠陥の回復や再結晶を抑制し、Cr が鋼内部から表層に移動する際の拡散パスの減少を抑制するためであると考えられる。

以上、本研究では Nb 添加鋼における Cs の異常低下を系統的に調査し、Cs 低下のメカニズムを提案した。本研究結果が自動車部品の製造コスト低減や品質の安定化に貢献すると期待される。

year month day  
2013 1 16

Department	Mechanical and Structural System Engineering	ID	099202
Name	Yutaka Eto		

Supervisor	Minoru Umemoto Yoshikazu Todaka
------------	---------------------------------------

## A b s t r a c t

Title	The study of abnormal low surface carbon concentration in gas carburized Nb-bearing case hardening steel after severe machining.
-------	--

(800 words)

To increase the productivity and cost reduction of automotive parts, near net shape manufacturing by cold forging, high speed machining, and/or high temperature carburizing have been attempted. However, strength reduction occurs due to the coarsening of austenite grain during conventional carburizing in cold forged parts and in many parts during high temperature carburizing. To prevent coarsening of austenite grain, addition of microalloying elements such as Nb, Ti, or Al has been carried out. The effect of machining condition on carburizing is now well known in microalloyed steels. In the present study the microalloying effect of Nb on the carburizing of severely machined components was studied.

It was found that after carburization the surface carbon concentration (Cs) is reduced substantially with the increase in the speed (or severity) of machining in Nb-bearing steel (SCM420Nb) but not in Nb-free steel (SCM420). It was also found that the abnormal decrease in Cs in SCM420Nb is associated with the severely deformed surface layer produced by machining since the Cs returned to normal value after the removal of surface layer before carburizing. Regarding to this abnormal low Cs, systematic study was made to make clear the effect of the hardness of starting material and the effect of machining condition (cutting depth, cutting speed, feed per revolution). It was found that the effect of hardness of material is small compared to the machining condition. It was also found that the Cs in SCM420Nb decreases almost linearly with the log cutting power. To avoid abnormal low Cs in Nb-bearing case hardening steel, two methods was shown to be effective, ①removal of severely deformed surface layer ②oxidation treatment at about 600°C in air before gas carburizing.

Regarding the effect of Cr on the reduction of Cs in Nb-bearing steel, it was found that Cs decreases with the increase in the amount of Cr content. Moreover, the study by ESCA(XPS) indicated stronger Cr oxide peaks for lower Cs specimen. Thus it was proposed that abnormal low Cs observed in Nb-bearing steel is due to the formation of Cr protective oxide layer during the initial stage of carburizing. It is considered that Nb(C,N) inhibit the recovery and recrystallization of lattice defects made by machining, and inhibit reduction of diffusion pass for Cr moves to the surface from inside.

In summary, in the present study the abnormal low Cs in Nb-bearing steels was systematically investigated and the mechanism of low Cs was proposed. The results of this study are expected to contribute to the reduction in manufacturing cost and stabilization of the quality of automotive gas carburizing parts.

## 目次

### 第1章 序論

1.1 自動車用部品の製造方法の変遷	・・・1
1.2 自動車用部品における浸炭	・・・2
1.3 研究の目的および本論文の構成	・・・3

### 第2章 Nb 添加肌焼鋼の表面炭素濃度低下現象に対する熱力学的観点および表面性状からの考察

2.1 緒言	・・・5
2.2 実験方法	・・・5
2.3 実験結果	
2.3.1 Nb 添加鋼における浸炭材のマクロ観察	・・・6
2.3.2 Nb 添加肌焼鋼の表面硬さに対する加工条件の影響と場所による変化	・・・7
2.3.3 浸炭挙動に対する Nb 添加と加工条件の影響	・・・8
2.3.4 Nb 添加鋼の浸炭挙動に対する研磨による表面加工層除去の影響	・・・9
2.3.5 表面加工層の組織	・・・10
2.4 考察	
2.4.1 表面炭素濃度に対する Nb 添加の熱力学的考察	・・・11
2.4.2 炭素濃度分布に対する考察	・・・12
2.4.3 表面炭素濃度に対する切削加工後の表面粗さの影響	・・・13
2.4.4 Nb 添加とシビア加工による表面炭素濃度低下の原因	・・・14
2.5 結言	・・・15

### 第3章 素材熱処理および切削加工条件が表面炭素濃度におよぼす影響

3.1 緒言	・・・20
3.2 実験方法	・・・20
3.3 実験結果および考察	
3.3.1 素材熱処理およびガス浸炭結果	・・・22
3.3.2 表面炭素濃度におよぼす素材硬さおよび加工条件の影響	・・・24
3.3.3 表面炭素濃度におよぼす加工条件の影響	・・・26
3.3.4 素材組織が炭素濃度分布におよぼす影響	・・・28
3.3.5 加工条件と表面炭素濃度の関係	・・・28
3.3.6 切削動力と表面炭素濃度の関係	・・・29
3.3.7 Nb 添加鋼における表面炭素濃度の回復対策	・・・31
3.4 結言	・・・35

### 第4章 表面炭素濃度低下現象における添加元素の影響と異常低下メカニズム

4.1 緒言	・・・39
--------	-------

4.2 実験方法	・ ・ ・ 39
4.3 実験結果および考察	
4.3.1 表面炭素濃度の異常低下によぼす Cr, Nb 添加および切削加工の影響	・ ・ ・ 40
4.3.2 切削動力と表面炭素濃度の関係	・ ・ ・ 42
4.3.3 ガス浸炭後の表面組織観察	・ ・ ・ 43
4.3.4 Cr 酸化被膜被覆率と表面炭素濃度の関係	・ ・ ・ 45
4.3.5 ガス浸炭後の表面 XPS 分析	・ ・ ・ 46
4.3.6 ガス浸炭前後の断面組織	・ ・ ・ 48
4.3.7 表面炭素濃度低下のメカニズム	・ ・ ・ 49
4.4 結言	・ ・ ・ 52
第5章 総括	・ ・ ・ 56

## 第1章 序論

### 1.1 自動車用部品の製造方法の変遷

現在わが国の主要産業の一つである自動車製造業は、2010年には国内の主要製造業の製造品出荷額で全体の16.4%を占めており、国内最大の産業である（社）日本自動車工業会調べ）。以前はガソリンを燃料とする自動車主流であったが、現在では自動車の動力も多様化しており、従来のガソリン車に加え、ディーゼルエンジンやガソリンエンジンとモータを併用したハイブリッド車が増加するなど、エネルギー効率や燃費の向上が図られている。従来のガソリン車においても、使われ方は年々厳しくなっており、自動車部品にはそれに伴うトルクアップへの対応が求められている。また、内燃機関のディーゼル化や、ハイブリッド車のようにモータを搭載することで、更なるトルクアップへの対応が必要となっており、エンジンやトランスミッションを構成する自動車部品への強度要求は高まる一方である。

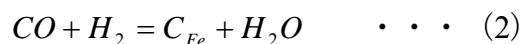
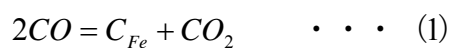
しかし、強度要求と同時に、自動車部品には常に製造コストの低減が求められている。歯車部品や軸部品など自動車に用いられる動力伝達部品の多くは、鍛造や機械加工により成形された後に硬化熱処理が施されることにより疲労強度や耐摩耗性などの機能が付与されている。鍛造工程においては、熱間鍛造や冷間鍛造によるニアネットシェイプ化により歩留まり向上が求められている。しかし、鍛造による成形で加工が完了しない部品もあり、最終的に切削加工により必要形状や精度が確保されている場合がある。切削加工工程では、工具や工作機器の発達により、切込み量や周速、送り速度などの加工条件を上げた加工負荷の高い条件での機械加工が可能となっており、高負荷切削による生産性向上が図られている。硬化熱処理としては、高周波焼入れ、ガス浸炭焼入れ、真空浸炭焼入れなどが用いられている。中でも大量生産性に優れている、操業が容易であるといった点からガス浸炭焼入れが広く利用されている<sup>1)</sup>。しかし、冷間鍛造部品への浸炭や、高温浸炭により生産性向上を図る場合では、オーステナイト結晶粒の粗大化が問題となる<sup>2-5)</sup>ため、結晶粒粗大化抑制を目的としてNb<sup>4, 6, 7)</sup>、Ti<sup>8)</sup>、Al<sup>9)</sup>等の合金元素が添加される場合が多い。このように現在では、各工程において製造コストを低減するために様々な取り組みが行われている。

### 1.2 自動車用部品における浸炭

上で述べたように、歯車部品や軸部品など自動車に用いられる動力伝達部品に多く用いられる熱処理

方法として、高周波焼入れやガス浸炭焼入れ、真空浸炭焼入れなどがある。特にガス浸炭焼入れは大量生産性に優れ、表面炭素濃度の調整、操業が容易であることなどから工業的に広く利用されている<sup>1)</sup>。一般的なガス浸炭では、肌焼き鋼をオーステナイト単相温度域である  $A_3$  点以上に加熱し、鋼表面から炭素を浸入拡散させ所望の炭素濃度分布を得た後、油やガスで焼入れ焼戻しすることにより部品表面を高硬度な高炭素マルテンサイトとし、内部を高靱性な低炭素マルテンサイトとする。

ガス浸炭焼入れは浸炭雰囲気（一酸化炭素ガスと二酸化炭素ガスを含む雰囲気ガス）のカーボンポテンシャルと鋼表面との平衡反応を利用した処理であり、その反応は R. P. Smith<sup>10)</sup> R. Collin<sup>11)</sup> らによって報告されている。ガス浸炭反応は鋼表面で起こり、(1) 式、(2) 式によって表されるブーディア反応と水性ガス反応により炭素が鋼中へと浸入する。



この反応を活用し、鋼内部に炭素を浸入拡散させた後、焼入れを行う。

冷間鍛造部品への浸炭や高温浸炭では、オーステナイト結晶粒の粗大化が問題となる場合がある。旧オーステナイト結晶粒の粗大化は熱処理歪の増大や衝撃強度低下などの機械的特性の低下につながる恐れがあるため<sup>2-5)</sup>、高温浸炭時の結晶粒粗大化を抑制する必要がある。結晶粒粗大化を抑制するためには、Nb<sup>4, 6, 7)</sup>、Ti<sup>8)</sup>、または Al<sup>9)</sup>などを添加して炭窒化物として析出させ、ピンニング効果を活用すればよいことが知られており、工業的にも活用されている<sup>4)</sup>。

### 1.3 研究の目的および本論文の構成

今後、生産性を向上し製造コストを低減するためには、Nb を微量添加した SCM420 鋼を強切削後、高温でガス浸炭焼入れを施す場合があると考えられるが、Nb 等のマイクロアロイを添加した鋼の高負荷切削加工がその後の浸炭挙動に与える影響については明確になっていない。

そのため、本研究では強切削加工された Nb 添加肌焼き鋼にガス浸炭焼入れを施した際の浸炭挙動や、浸炭挙動におよぼす加工条件や添加元素の影響を明確にすること、および実際の操業においてどのような条件で加工、熱処理を行うべきかを検討することを目的としている。以下に本論文の構成を示す。第 1 章は本章であり、研究の背景、目的を述べた。

第 2 章では、Nb 添加肌焼き鋼に切削加工を行い、ガス浸炭焼入れを施すことによって表面炭素濃度

が異常低下することについて、熱力学観点および表面性状から考察した結果を述べる。ガス浸炭後の表面炭素濃度に対する Nb 添加の有無の影響、加工の影響、材料成分による炭素活量の影響、および面粗度の影響を検討し、本研究で見出した現象が、従来の知見では説明できないことを述べた。

第3章では、表面炭素濃度の異常低下現象に対して、素材熱処理および切削加工条件が表面炭素濃度におよぼす影響について述べる。つまり、表面炭素濃度に対する切削加工時の素材組織の影響、切込み量、周速、送り速度の加工因子の影響を明確にした。また、実際の操業を考えた際に、Nb 添加肌焼き鋼を切削加工した後ガス浸炭焼入れを施す場合、どのような加工条件で操業すべきかを検討した。

第4章では、表面炭素濃度の異常低下の原因について考察した結果を述べる。切削加工された Nb 添加肌焼き鋼のガス浸炭後の試料表面の分析を行い、Cr 酸化膜の存在を確認した。ガス浸炭中に試料表面に生成した Cr 酸化膜が、浸炭時の炭素の浸入を阻害していると考え、Cr、Nb 添加量を変えた鋼材を用いて、切削加工および添加元素の影響について検討した。

第5章では、本論文の総括を述べる。



## 【Reference】

- 1) 内藤武志：浸炭焼入れの実際, 日刊工業新聞社, 東京, (1979)
- 2) T. Mori, K. Fujita, M. Tokizane and K. Yamaguchi: Tetsu-to-Hagané, 50 (1964), 911
- 3) E. E. Fletcher, A. R. Elsea: Iron Age, 185 (1960), 72
- 4) C. A. Beiser: Amer. Soc. Metals, Preprint, 138 (1959), 1
- 5) W. B. Moreison: J. Iron Steel. Inst., 201 (1963), 317
- 6) T. Murakami, H. Hatano and H. Yaguchi: Kobe Steel Eng. Rep., 56 (2006), 59
- 7) Y. Imai, Y. Shono: Tetsu-to-Hagané, 13 (1968), 1343
- 8) A. Adachi, K. Mizukawa and K. Kanda: Tetsu-to-Hagané, 49 (1963), 894
- 9) I. Ochiai, H. Ohba, Y. Hida and M. Nagumo: Tetsu-to-Hagané, 15 (1984), 2001
- 10) R. P. Smith: J. Am. Chem. Soc., 68 (1946), 1163
- 11) R. Collin: Heat treatment'73, Metal Society, London, (1975), 121

## 第2章 Nb 添加肌焼鋼の表面炭素濃度低下現象に対する熱力学観点および表面性状からの考察

### 2.1 諸言

本研究は、SCM420 鋼（以下、Nb 無添加鋼）と Nb 添加 SCM420 鋼（以下、Nb 添加鋼）の浸炭挙動に及ぼす切削加工の負荷条件の影響を明らかにする事を目的に行った。本研究の結果、Nb 等を含まない従来の肌焼き鋼においては、表面炭素濃度に対してガス浸炭焼入れ前の加工の影響は小さいが、SCM420 鋼をベースとして Nb を微量添加した鋼材に高負荷切削加工した後にガス浸炭した場合、表面炭素濃度（以下、Cs）の異常低下が起こることを見出した。これまで肌焼き鋼の浸炭における異常現象については、ガス浸炭後鋼表面に発生する粒界酸化や、鋼表面の Cr や Mn が雰囲気から浸入した酸素と結合し焼入れ性が低下することで発生する不完全焼入れ層<sup>1-4)</sup>、また高濃度浸炭、真空浸炭に見られる過剰浸炭<sup>1,5)</sup>などの報告はあるが、本研究で観察されたような Cs の異常低下現象はこれまで報告されていない。

本章では、本研究で見出した Cs の異常低下現象に対して、熱力学的観点、表面性状からこの現象について考察し、これまでの知見では説明が困難であることを明らかにした。

### 2.2 実験方法

本研究には自動車部品に一般的に用いられる JIS SCM420（Nb 無添加鋼）と、SCM420 をベースとして結晶粒粗大化抑制のため 0.06%Nb を微量添加した SCM420Nb（Nb 添加鋼）を用いた。本研究に用いた供試材の化学成分を Table2-1 に示す。試験片は、各供試材を φ65 に圧延後空冷した粗材から機械加工により作製した。本研究に用いた試験片形状を Fig. 2-1 に示す。

Table 2-1. Chemical composition of materials (mass%)

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Nb
SCM420 (Nb free steel)	0.21	0.24	0.82	0.017	0.027	0.98	0.15	0.00
SCM420Nb (Nb-bearing steel)	0.21	0.25	0.74	0.021	0.020	1.12	0.16	0.06

作製した試験片を切り込み量、周速、送り速度を変えて切削加工した後、連続ガス浸炭炉にてガス浸炭焼入れを行った。切削加工では φ50 部をクランプし、φ60 外径部を旋削加工した。加工には超硬チップ（サンドビック CNMG120408-MM 2025）を用い、(株)森精機製 NL-2500 にて湿式旋削加工を行った。

た．加工条件としては加工負荷の大きいシビア加工条件，加工負荷の小さいマイルド加工条件にて加工を行った．シビア加工条件としては切込み量 2.0mm 周速 5.8m/s 送り速度 0.5mm/rev，またマイルド加工条件としては切込み量 0.1mm，周速 0.8m/s，送り速度 0.1mm/rev とした．ガス浸炭焼入れは DOWA サーモテック(株)製ローラーハース型連続ガス浸炭炉にて 950℃で合計 13.2ks 浸炭し，その後 150℃に保持した油にて焼入れを行った．浸炭ガスとしてはプロパンガスを使用した．ガス浸炭焼入れ条件を Fig. 2-2 に示す．なお，図中の CP はカーボンポテンシャル (Carbon Potential) である．

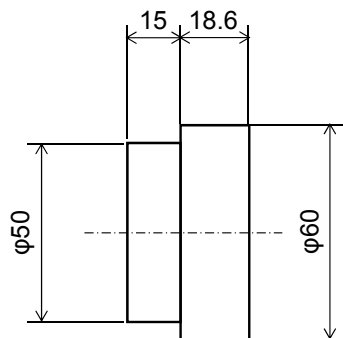


Fig.2-1 Schematic illustration of specimen.

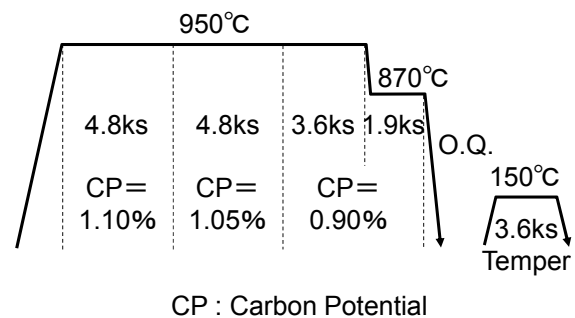


Fig.2-2 Gas-carburizing process.

ガス浸炭焼入れ後，試料を電子線マイクロアナライザ (EPMA) による炭素濃度分布測定，マイクロビッカースによる硬さ測定，光学顕微鏡および電界放射走査型電子顕微鏡 (FE-SEM) による組織観察に供した．

## 2.3 実験結果

### 2.3.1 Nb 添加鋼における浸炭材のマクロ観察

Fig. 2-3 に Nb 添加鋼の浸炭において炭素濃度の異常低下が見られた試料の光学顕微鏡写真を示す．試料はシビア加工条件にて切削加工後，ガス浸炭を施し，焼入れした後，切断面を 5% ナイタルでエッチングしたものである．Fig. 2-3 中に白い実線で示した部分は，円柱形状の試験片外周を旋盤にてシビア加工した際の加工部である．また白の破線で示した部分は，外周を旋盤にてシビア加工した後，ガス浸炭前にファインカッターで切断した面である．ファインカッターで切断後浸炭した破線部分では，約 1.5mm の深さまで濃く腐食されているのに対して，シビア加工された実線部分での腐食は淡く浅い．そこで，それぞれの表面で EPMA による炭素濃度とマイクロビッカースによる硬さを測定した．その結果，破線部分では炭素濃度は 0.93% で硬さは 760Hv と通常の表面炭素濃度（以下，Cs）と硬さであった．これに対して，実線部分では炭素濃度は 0.38% で硬さは 563Hv であり，Cs が異常に低く硬さも低いこと

が明らかとなった。このように、Nb 添加鋼においては浸炭前の鋼材の加工状態によって浸炭後の Cs が大きく変化することが認められた。

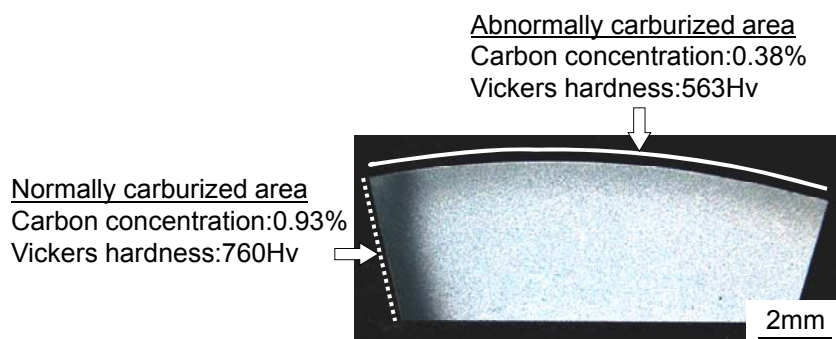


Fig.2-3 Carburized SCM420Nb specimen after severe machining.

### 2.3.2 Nb 添加浸炭材の表層硬さに対する加工条件の影響と場所による変化

次に浸炭後の鋼材表面の硬さに対する加工条件の影響を明らかにする目的で、シビア加工を行った試験片（以下、シビア加工材）とマイルド加工を行った試験片（マイルド加工材）にガス浸炭を施した。また、浸炭ムラの有無を確認するため、浸炭後試験片の加工部表層に沿って表層から  $50\mu\text{m}$  位置の硬さをマイクロビッカースにより測定した。硬さ測定結果を Fig. 2-4 に示す。シビア加工後浸炭を施した試験片（以下、シビア加工浸炭材）は硬さが  $560\sim 570\text{Hv}$  であるのに対して、マイルド加工後浸炭を施した試験片（以下、マイルド加工浸炭材）は硬さが  $730\text{Hv}$  付近であった。マイルド加工浸炭材表面の硬さはファインカッター切断面よりもわずかに低い値であり、加工条件がマイルドになれば通常浸炭材の硬さに近づくことが明らかになった。また、硬さを表層部分を  $0.5\text{mm}$  間隔で  $10\text{mm}$  に渡って測定した結果では、硬さはほぼ一定で  $\pm 5\%$  の範囲に入っており、加工条件による硬さの変化と比較して、場所による硬さの変化は小さいことがわかった。

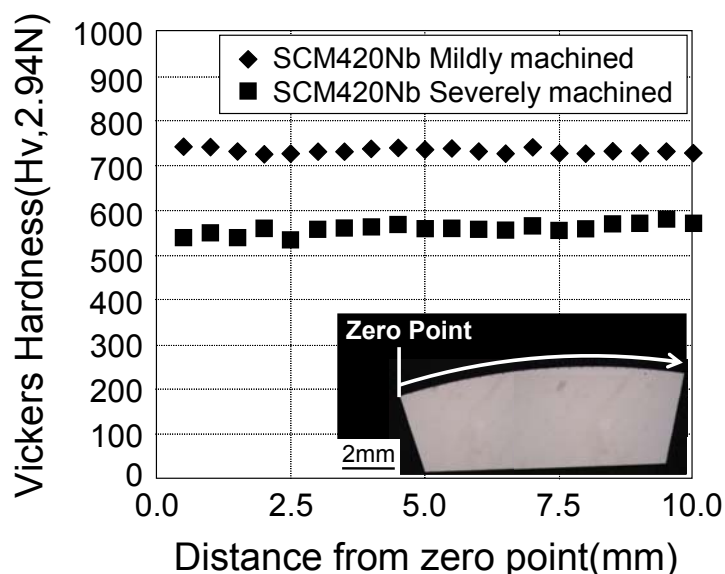


Fig.2-4 Vickers hardness ( $50\mu\text{m}$  from the top surface) of carburized SCM420Nb specimen after mildly and severely machined.

### 2.3.3 浸炭挙動に対する Nb 添加と加工条件の影響

上記のように Nb 添加鋼においてシビア加工を施すと、その後の浸炭処理で  $C_s$  が異常に低下する現象が認められた。このような浸炭前の加工による浸炭異常現象についてはこれまで報告が見当たらない。そこで、浸炭挙動に対する Nb 添加の影響と表面加工の影響を系統的に研究した。

まず、Nb 添加鋼および Nb 無添加鋼において、切削加工前の試験片表面を電解研磨により研磨し、理想的な無加工状態とした試験片（以下、無加工材）をガス浸炭し（以下、無加工浸炭材）、炭素濃度分布を測定した。電解研磨後に Fig. 2-2 に示す条件にてガス浸炭し、EPMA により炭素濃度分布を測定した結果を Fig. 2-5 に、また、Table 2-2 に  $C_s$  の値を示す。Fig. 2-5 に示す Nb 無添加鋼と Nb 添加鋼の炭素濃度分布の実測値を比較すると、炭素濃度分布への Nb 添加の影響は 0.02% $C$  以下と極めて小さく、Nb 添加により若干ではあるが  $C_s$  が増加することがわかった。このことから、Fig. 2-4 に示した  $C_s$  の異常低下は Nb 添加だけでは現れず、Nb 添加と切削加工の複合した影響で現れることがわかる。

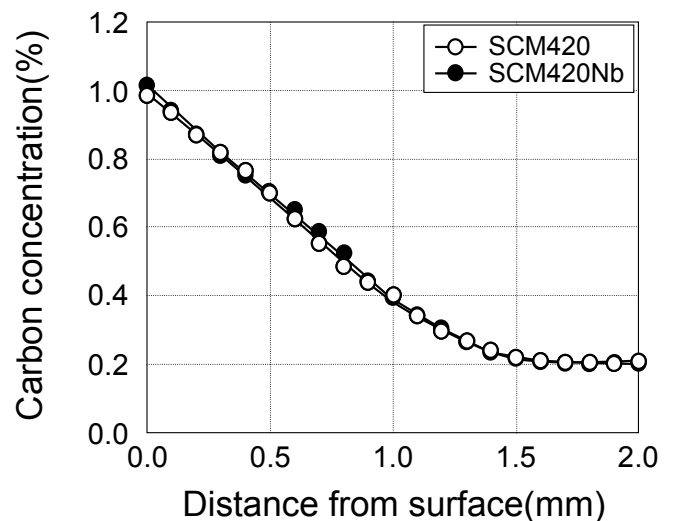


Fig.2-5 Measured carbon concentration profiles of SCM420 and SCM420Nb specimens carburized

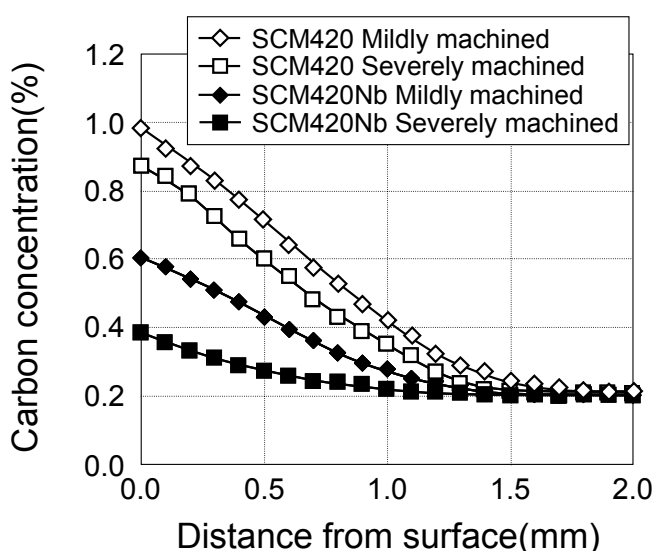


Fig.2-6 Measured carbon concentration profiles of SCM420 and SCM420Nb specimens carburized after mild and severe machining.

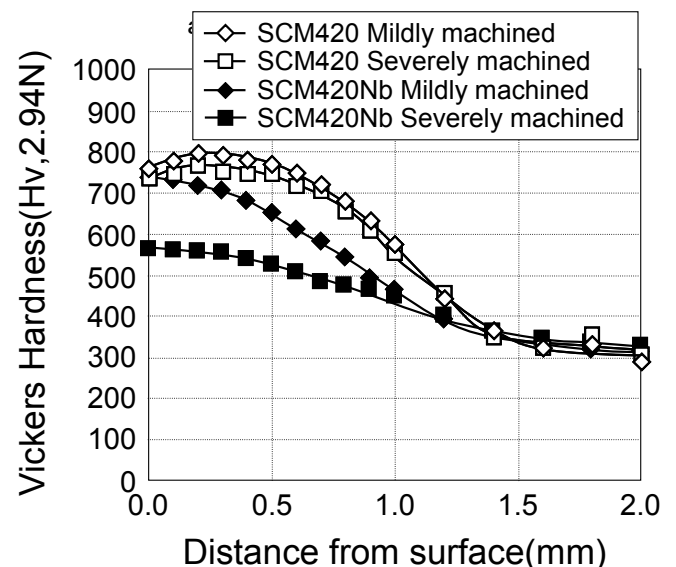


Fig.2-7 Vickers hardness distribution of SCM420 and SCM420Nb specimens carburized after mild and severe machining.

Table 2-2. Surface carbon concentration after carburizing (mass%)

	Electrically polished	Mildly machined	Severely machined
SCM420 (Nb free steel)	0.98	0.98	0.87
SCM420Nb (Nb-bearing steel)	1.02	0.61	0.38

次に、Nb 添加鋼および Nb 無添加鋼においてそれぞれマイルド加工条件、シビア加工条件で切削加工した後、ガス浸炭を施した試験片の EPMA による炭素濃度分布測定結果を Fig. 2-6 に示す。また、Table 2-2 に各加工条件における  $C_s$  の値を示す。Nb 無添加鋼のマイルド加工浸炭材の場合、 $C_s$  は 0.98% であり、表面から内部への炭素濃度分布も含めて無加工浸炭材と同様の浸炭結果を示している。Nb 無添加鋼のシビア加工浸炭材の場合では、 $C_s$  は 0.87% であり、約 0.1% の  $C_s$  の低下が認められ、炭素濃度の分布はマイルド加工に比べて一様に低い状態を示している。Nb 添加鋼ではマイルド加工の場合であっても  $C_s$  は 0.61% へと大きく低下しており、シビア加工では 0.38% へとさらに低下している。以上のように、切削加工がマイルドであるかシビアであるかによって、Nb 無添加鋼では  $C_s$  は約 0.1% のわずかな低下であったが、Nb 添加鋼ではマイルド加工でも  $C_s$  は約 0.4% の低下、シビア加工では約 0.6% という大きな低下が認められた。Fig. 2-7 は Fig. 2-6 に示した材料のマイクロビッカースで測定した硬さ分布を示す。Fig. 2-6 の炭素濃度分布から想定される硬さ分布となっている。なお、Nb 無添加鋼では表面から 0.2mm 付近に硬さのピークがあり、表面に向かって硬さが多少低下している。この原因は、表面付近では炭素濃度が 0.8% 以上と高く、残留  $\gamma$  がより多く存在しているためと考えられる。

### 2.3.4 Nb 添加鋼の浸炭挙動に対する研磨による表面加工層の除去の影響

本研究において確認された  $C_s$  の異常低下現象は、Nb が添加された場合で、かつ切削条件が厳しくなる程顕著に現れる。無加工浸炭材では Nb 添加による  $C_s$  の低下は認められない ( $C_s$  は Nb 添加によりむしろ増加) ことから、加工による  $C_s$  の低下は表層の加工組織の影響であると考えられる。そこで鋼表面の加工組織の影響について検討した。ガス浸炭後に  $C_s$  の異常低下現象が確認された Nb 添加鋼において、シビア加工条件で切削加工した試験片を、Fig. 2-8 に示すように旋盤による切削加工痕がなくなるまで #1200 の研磨紙で 40  $\mu$ m 程度研磨を行い、その後ガス浸炭処理を施した。ガス浸炭焼入れ後、断面を 5% ナイタルでエッチングした光学顕微鏡写真を Fig. 2-9 に示す。Fig. 2-9 の左側はシビア加工条件で加工した後、研磨紙で加工層を除去した領域、右側はシビア加工条件で加工したままの領域である。

シビア加工ままの領域とシビア加工後に加工層を除去した領域を比較すると、加工層を除去することで浸炭が進み濃く腐食されていることがわかる。Fig. 2-10 にシビア加工ままの部分およびシビア加工後に加工層を除去した部分の EPMA による炭素濃度分布測定結果を示す。シビア加工ままの部分では  $C_s$  は 0.45% となっており  $C_s$  の異常低下が確認される。一方、加工層を除去した部分では  $C_s$  は 0.79% となっており  $C_s$  が大きく回復していることがわかる。以上の結果は、 $C_s$  の異常低下は表層部数  $10\mu\text{m}$  の加工組織に起因していることを示している。

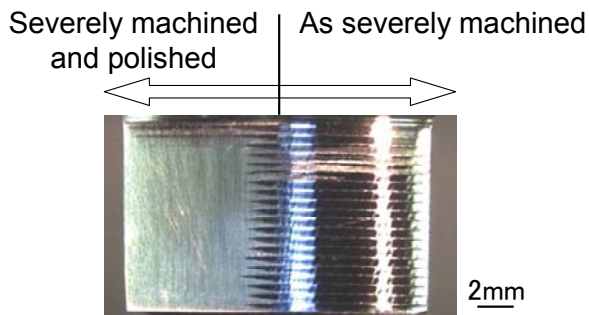


Fig.2-8 Optical micrograph of specimen surface after severe machining.

The left hand side was then polished  $40\mu\text{m}$  in depth to see the effect on carburization.

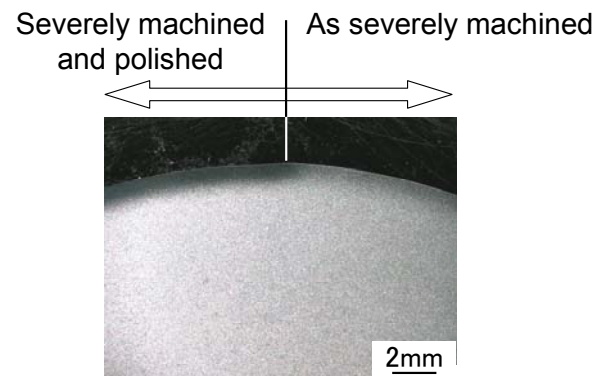


Fig.2-9 Carburized SCM420Nb specimen after severe machining(right hand side) and then polished(left hand side).

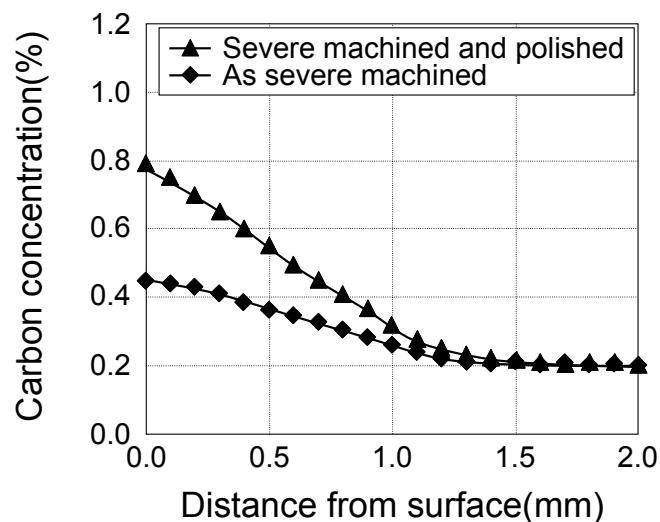


Fig.2-10 Measured carbon concentration profiles for carburized SCM420Nb specimen at severe machined and polished region.

### 2.3.5 表面加工層の組織

Fig. 2-8～10 に示したように、Nb 添加鋼においてシビア加工層を研磨で除去することで  $C_s$  が回復することから、Nb 添加鋼における  $C_s$  の異常低下に対して表面加工層が大きな影響を与えていることが明らかになった。そこで、Nb 添加鋼においてマイルド加工材、シビア加工材の断面組織を SEM により観察した結果を Fig. 2-11 に示す。マイルド加工材では表層から約  $0.5\mu\text{m}$  の深さまでは組織が表面に平行であり、大きなせん断ひずみを受けていることがわかる。組織の傾きから判断すると、せん断ひずみ量は表面からの距離とともに小さくなり、 $10\mu\text{m}$  程度の深さまで切削加工による影響が確認される。シビア加工材では表層から約  $2\mu\text{m}$  の深さまで組織が表面に平行で、 $40\mu\text{m}$  程度の深さまで切削加工による影響が確認される。以上のように、マイルド加工とシビア加工とでは表層の加工組織の厚さや変形量に差が認められる。

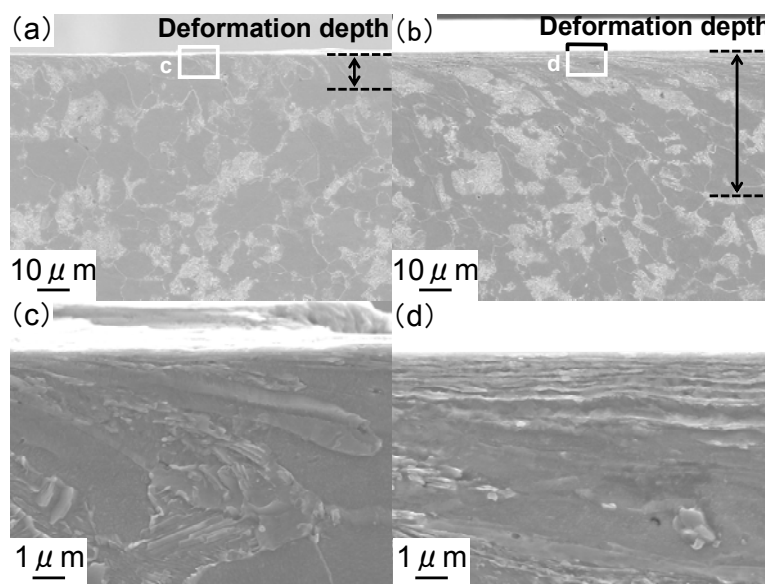


Fig.2-11 SEM images of SCM420Nb specimen surface (cross section)

(a)(c)Mildly machined (b)(d)Severely machined.

## 2.4 考察

### 2.4.1 表面炭素濃度に対する Nb 添加の熱力学的考察

ガス浸炭では  $C_s$  が処理雰囲気のカーボンポテンシャルの他、合金元素の影響を受けることが知られている<sup>5-9)</sup>。そこで、本研究で観察された  $C_s$  の異常低下現象を明らかにするために、合金元素が表面炭素濃度におよぼす影響について検討した。Table2-1 に示す供試材成分の肌焼き鋼を Fig. 2-2 に示すガス浸炭条件で浸炭した場合の  $C_s$  を数値計算により算出し、実験結果との比較を行った。 $C_s$  は雰囲気のカーボンポテンシャルと平衡するとして、Murai らの導出した (1) 式<sup>6)</sup>により算出した。また、Nb 添加に



よる炭素 (C) 活量への影響を考慮するため, K. Balasubramanian が導いた C に対する Nb の相互作用母系数  $\varepsilon^{\text{Nb}}$  <sup>11)</sup> (本研究での浸炭温度 950°Cにおける  $\varepsilon^{\text{Nb}}$  の値は-50.934) を用いた. 本研究で用いた相互作用母系数の式を Table2-3 に示す.

$$X_C = CP - \left( \sum \varepsilon^i Y_i \right) / (1/CP + \varepsilon^C) \quad \cdot \cdot \cdot \quad (1)$$

ここで

$$Y_i : X_i / (X_{\text{Fe}} + \sum X_i)$$

$X_C$  : 浸炭後の表面の C のモル分率

$X_{\text{Fe}}$  : Fe のモル分率

$X_i$  : 成分 i のモル分率 (i=Si, Mn, Ni, Cr, Mo, Nb)

$\varepsilon^C$  : C に対する C の相互作用母系数 (本研究での浸炭温度 950°Cにおける値は 9.916)

$\varepsilon^i$  : C に対する成分 i の相互作用母系数

CP : 純鉄を浸炭した場合の C 量 (モル分率)

Table 2-3. Interaction parameters of carbon on alloying element in austenite

$\varepsilon^C$	8.6+1610/T
$\varepsilon^{\text{Si}}$	4.8+7370/T
$\varepsilon^{\text{Mn}}$	-5060/T
$\varepsilon^{\text{Ni}}$	-4.1+11000/T
$\varepsilon^{\text{Cr}}$	2.5-15000/T
$\varepsilon^{\text{Mo}}$	7.5-23300/T
$\varepsilon^{\text{Nb}}$	2.5-65350/T

Table2-4 に Nb 添加鋼および Nb 無添加鋼の材料成分において Fig. 2-2 に示すガス浸炭条件にて浸炭した場合の  $C_s$  の実験結果と計算結果との比較を示す. ここで示す実験値は電解研磨により表面の加工層を除去した場合の値である. 計算値と実験値とを比較すると Nb 無添加鋼において差はなく, また Nb 添加鋼において 0.03%程度の差となっており良好な一致を示している.  $C_s$  の計算結果において, Nb 添加鋼は Nb 無添加鋼と比較して約 0.01% $C_s$  が増加した. これらの結果からも分かるように, Nb は鋼材の炭素活量を低下させる元素であり, Nb を添加することにより鋼表面の平衡炭素濃度は増加する <sup>12)</sup>. しかし, 今回用いた供試材での Nb 添加量 0.06%程度では  $C_s$  に与える影響は約 0.01%に過ぎず, 本研究において確認されたような  $C_s$  の異常低下は鋼材の炭素活量の観点からは説明することができない. 仮に鋼表面の平衡炭素濃度を低下させようとするれば, Ni や Si のように鋼材の炭素活量を増大させる元素を

増やす必要があるが、Cs を 0.4%以下にするためにはいずれの元素も 5.0%以上の表層での濃化が必要となり、本研究ではそのような濃化は認められなかった。

Table 2-4. Comparison of experimental and calculated surface carbon concentration (mass%)

	Experimental value	Calculated value
SCM420 (Nb free steel)	0.98	0.98
SCM420Nb (Nb-bearing steel)	1.02	0.99

#### 2.4.2 炭素濃度分布に対する考察

Table2-1に示す供試材成分の肌焼き鋼をFig. 2-2に示すガス浸炭条件で浸炭した場合の炭素濃度分布を数値計算により算出し、実験結果との比較を行った。Cs の計算は (1) 式で行い、炭素濃度分布の計算は (2) 式に示す Fick の第二法則を差分法で解くことにより行った。

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad \dots (2)$$

ここで、C は炭素濃度 (wt%)、D は拡散係数、x は表面からの距離を示す。本研究では拡散係数として

(3) 式に示す張ら<sup>13)</sup>の実験結果を用いた。

$$D = 7.7 \times 10^{-7} \exp(-107400 / RT) \quad \dots (3)$$

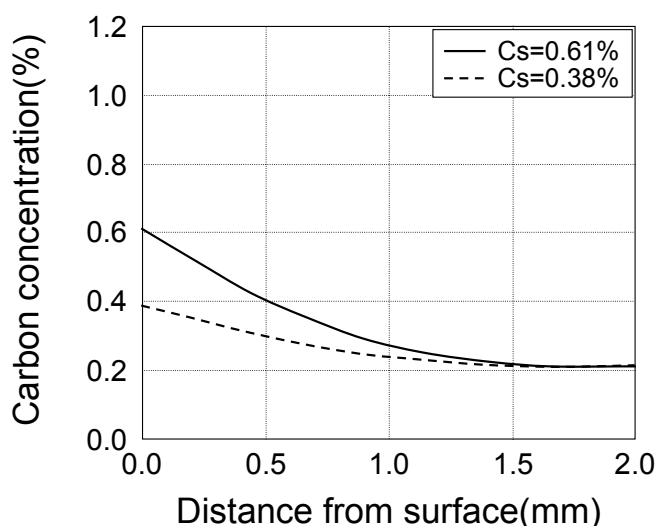


Fig.2-12 Calculated carbon concentration profiles of carburized SCM420 and SCM420Nb specimens.

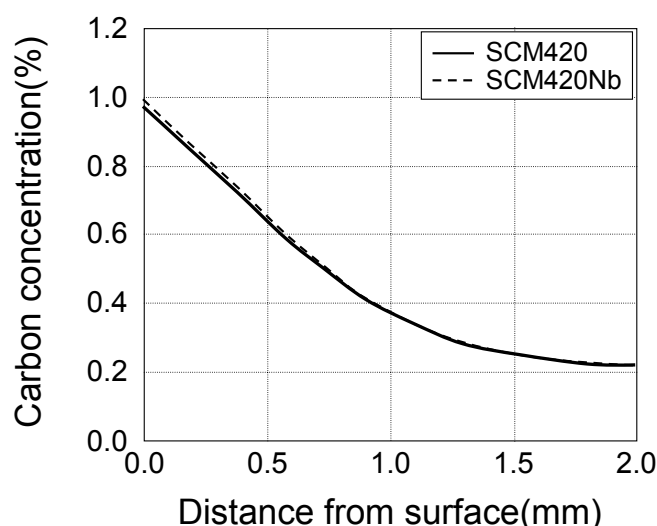


Fig.2-13 Calculated carbon concentration profiles of carburized SCM420Nb specimen for surface carbon concentration of 0.61% and 0.38%.

ここで、D は炭素拡散係数、R は気体定数 ( $\text{JK}^{-1}\text{mol}^{-1}$ )、T は絶対温度 (K) を示す。 (1) ~ (3) 式から炭素

濃度分布を計算した結果を Fig. 2-12 に示す。無加工材の炭素濃度分布の実測値 (Fig. 2-5) と比較すると、Nb 添加鋼および Nb 無添加鋼共に、炭素濃度分布の計算値と実測値は良好な一致を示している。同様に、Cs の値を Nb 添加鋼のマイルド加工浸炭材で測定された 0.61% およびシビア加工浸炭材で測定された 0.38% として炭素濃度分布を (4) 式を用いて計算した。計算結果を Fig. 2-13 に示すが、計算値と実測値 (Fig. 2-6) は良好な一致を示す。このことから、鋼内部への炭素の拡散は (2) 式に従って起こっており、炭素濃度分布の異常低下現象は Cs の異常低下によって起こっていることがわかる。次に、浸炭中どの時間で Cs が低下したのかを検討した。Fig. 2-2 に示す浸炭条件で、浸炭開始から 0s, 3.6ks, 5.4ks, 7.2ks, 9.0ks 経過した後に、Cs が 0.38% へ低下するという仮定で、(4) 式より炭素濃度分布を計算し Nb 添加シビア加工浸炭材の炭素濃度分布との比較を行った。この計算において総浸炭時間は Fig. 2 に示す条件と同様とした。計算結果を Fig. 2-14 に示す。この図から、浸炭開始 0s の時点で Cs が 0.38% となったとした場合に計算値と実測値は最も良好な一致を示している。このことは浸炭の極めて初期の段階で Cs を低下させる原因が存在もしくは発生したことを示している。

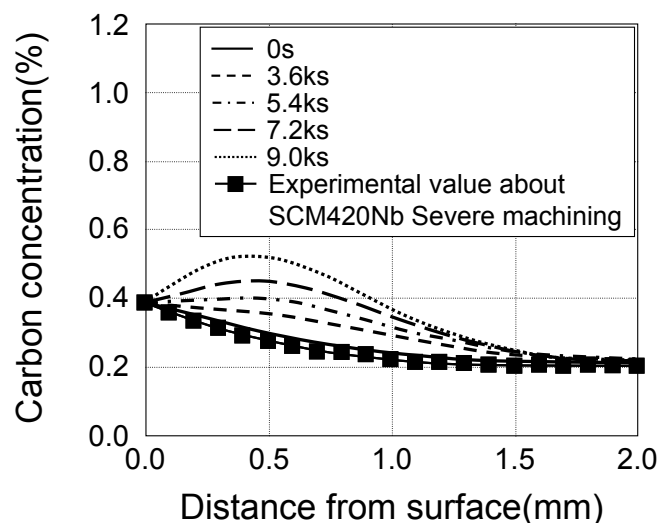


Fig.2-14 Calculated carbon concentration profiles of carburized SCM420Nb.

The surface carbon concentration is changed from 0.99% to 0.38% at indicated time.

#### 2. 4. 3 表面炭素濃度に対する切削加工後の表面粗さの影響

シビア加工およびマイルド加工を比較すると加工後の表面粗さが異なるため、表面粗さの違いによる実質的な表面積の差が浸炭後の Cs に影響をあたえることが考えられる。O. Karabelchtchikova は、表面粗さの異なる部品を浸炭した場合、表面粗さが大きい部品の方が Cs が高くなると報告している<sup>14)</sup>。そこで、表面粗さと Cs との関係について検討した。本研究にて得られたマイルド加工後およびシビア加

工後の表面粗さをレーザー顕微鏡で測定し (4) 式<sup>14)</sup>により平均表面粗さを算出した結果、それぞれ 1.52  $\mu\text{m}$ , 5.41  $\mu\text{m}$ であった。

$$Sa = \frac{1}{MN} \sum_i^M \sum_j^N |Z|(X_i, Y_j) \quad \cdot \cdot \cdot \quad (4)$$

本研究での実験結果と O. Karabelchtchikova の実験結果を比較した結果を Fig. 2-15 に示す。Fig. 2-15 より、本研究では表面粗さの増加に伴い Nb 無添加鋼は Cs が 0.1% 程度低下しており、Nb 添加鋼は Cs が 0.2% 程度低下している。O. Karabelchtchikova の実験結果は表面粗さの増加に伴い、Cs が約 0.1% 増加する傾向にある。この理由として、O. Karabelchtchikova は表面粗さが増加するにつれ実質の表面積が増加し、雰囲気から鋼中への炭素の浸入量が増加したためであると考えている<sup>14)</sup>。一方、本研究では表面粗さの増加に伴い Cs は低下しており、O. Karabelchtchikova の実験結果とは異なる傾向を示している。また、本研究での実験結果では同一面粗さでも Nb 添加の有無により Cs は大きく低下している。O. Karabelchtchikova が使用した材料の Cs を上述の熱力学的手法により求めると 0.98% となる（雰囲気のカーボンポテンシャルは 0.95%）。つまり、O. Karabelchtchikova の実験結果は表面が粗くなる程 Cs の理論値に近づくが、それでもなお実測値は理論値よりも 0.1% 程度低い結果となっている。本研究の実験結果は表面が粗くなる程 Cs の理論値から低くなることを示しており、O. Karabelchtchikova の結果とは正反対である。このことから、本研究での Cs は表面粗さよりも Nb 添加の有無および加工条件の影響を受けていることがわかる。

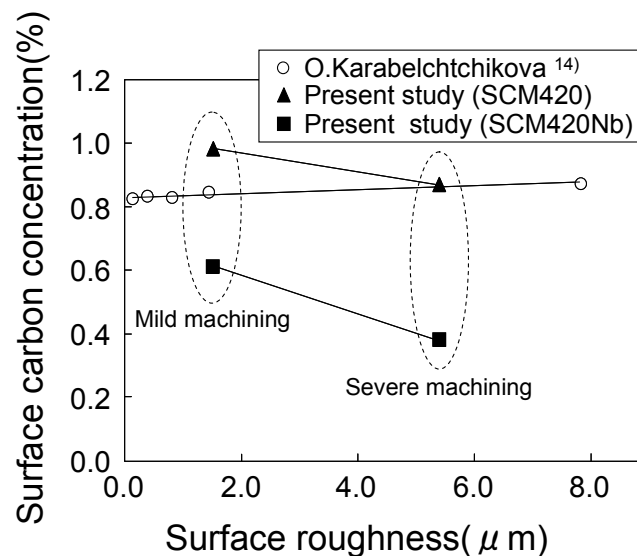


Fig.2-15 Relationship between surface carbon concentration and surface roughness.

#### 2. 4. 4 Nb 添加とシビア加工による表面炭素濃度低下の原因

本研究の結果、Nb 無添加鋼でもシビア加工浸炭材では Cs はわずかに低下すること、Nb 添加鋼では加工の影響が Cs の低下として顕著に現れることが明らかになった。本研究において観察された Cs の異常低下現象は熱力学的観点や表面粗さの影響では説明できず、これら以外の原因が存在する。その可能性として炭素の浸入を抑制する酸化被膜が鋼表面に生成したことが考えられる。これらについては今後の詳細な研究が期待される。

## 2.5 結言

本研究では供試材として Nb 添加鋼 (SCM420Nb) と Nb 無添加鋼 (SCM420) の 2 種類の肌焼き鋼を用い、浸炭挙動に対する Nb と加工条件の影響を調べた。その結果、Nb 添加肌焼き鋼をシビア加工条件で切削加工した後ガス浸炭を施すことによって、Cs が異常低下する現象を見出し、熱力学的観点、表面性状からこの現象について考察した。以下に、本研究によって得られた結果を示す。

1. Nb 無添加鋼では、マイルド加工浸炭材と比較してシビア加工浸炭材で Cs が 0.98% から 0.87% へと低下した。一方、Nb 添加鋼ではマイルド加工浸炭材で Cs は 0.61%、シビア加工浸炭材では 0.38% へと大きく低下した。このように、Nb 添加鋼では Cs は加工条件に極めて敏感であり、加工がシビアになる程 Cs が低下することが明らかとなった。
2. シビア切削加工後に加工表層を 40  $\mu\text{m}$  程度研磨で除去することによって、その後の浸炭における表面炭素濃度が回復することを確認した。このことから、Cs の異常低下現象は、シビア切削加工により生成した 40  $\mu\text{m}$  以下の厚さの表面加工層が影響していることがわかった。
3. 合金元素が Cs におよぼす影響を、鋼材の炭素活量の観点から考察した。その結果、本研究の Nb 添加量 (0.06%) では、Cs をわずかに増加させ、観察された 0.4% を越える異常低下は説明できないことがわかった。
4. 切削加工による表面粗さが Cs にあたえる影響について考察した。その結果、表面粗さの影響は小さく、今回観察された大きな Cs の低下は表面粗さの増加が原因ではないことがわかった。

## Caption List (Figure)

Fig.2 - 1 Schematic illustration of specimen.

Fig.2 - 2 Gas-carburizing process.

Fig.2 - 3 Carburized SCM420Nb specimen after severe machining.

Fig.2 - 4 Vickers hardness(50 $\mu$ m from the top surface) of carburized SCM420Nb specimen after mildly and severely machined.

Fig.2 - 5 Measured carbon concentration profiles of SCM420 and SCM420Nb specimens carburized after electropolishing.

Fig.2 - 6 Measured carbon concentration profiles of SCM420 and SCM420Nb specimens carburized after mild and severe machining.

Fig.2 - 7 Vickers hardness distribution of SCM420 and SCM420Nb specimens carburized after mild and severe machining.

Fig.2 - 8 Optical micrograph of specimen surface after severe machining.

The left hand side was then polished 40 $\mu$ m in depth to see the effect on carburization.

Fig.2 - 9 Carburized SCM420Nb specimen after severe machining (right hand side) and then polished (left hand side).

Fig.2 - 10 Measured carbon concentration profiles for carburized SCM420Nb specimen at severe machined and polished region.

Fig. 2 - 11 SEM images of SCM420Nb specimen surface (cross section) (a)(c)Mildly machined (b)(d)Severely machined.

Fig.2 - 12 Calculated carbon concentration profiles of carburized SCM420 and SCM420Nb specimens.

Fig.2 - 13 Calculated carbon concentration profiles of carburized SCM420Nb specimen for surface carbon concentration of 0.61% and 0.38%.

Fig.2 - 14 Calculated carbon concentration profiles of carburized SCM420Nb.

The surface carbon concentration is changed from 0.99% to 0.38% at indicated time.

Fig.2 - 15 Relationship between surface carbon concentration and surface roughness.

Caption List (Table)

- Table 2 - 1    Chemical composition of materials (mass%)
- Table 2 - 2    Surface carbon concentration after carburizing (mass%)
- Table 2 - 3    Interaction parameters of carbon on alloying element in austenite
- Table 2 - 4    Comparison of experimental and calculated surface carbon concentration (mass.%)

## 【Reference】

- 1) 内藤武志：浸炭焼入れの実際, 日刊工業新聞社, 東京, (1979)
- 2) S. Wada: Netsu Shori, 19 (1979), 204
- 3) N. Ishii: Netsu Shori, 30 (1990), 240
- 4) M. Ichihara: Netsu Shori, 9 (1969), 184
- 5) T. Morita, M. Umemoto: Tetsu-to-Hagané, 96 (2010), 400
- 6) N. Murai, T. Tsumura: Tetsu-to-Hagané, 84 (1998), 446
- 7) N. Murai, T. Tsumura and M. Hasebe: Tetsu-to-Hagané, 81 (1995), 203
- 8) T. Wada, H. Wada, J. F. Elliott and J. Chipman: Met. Trans., 2 (1971), 2199
- 9) T. Wada, H. Wada, J. F. Elliott and J. Chipman: Met. Trans., 3 (1972), 1657
- 10) T. Wada, H. Wada, J. F. Elliott and J. Chipman: Met. Trans., 3 (1972), 2865
- 11) K. Balasubramanian, A. Kroupa and J. S. Kirkaldy: Metall. Trans. A, 23 (1992), 729
- 12) K. Fujimura, T. Mori, T. Higashi and S. Urakawa: Tetsu-to-Hagané, 59 (1973), 222
- 13) X. Zhang, R. Takahashi, T. Akiyama and J. Yagi: Tetsu-to-Hagané, 83 (1997), 299
- 14) O. Karabelchtchikova, C. A. Brown, R. D. Sisson: International Heat Treatment & Surface Engineering, 1 (2007), 164



### 第3章 素材熱処理および切削加工条件が表面炭素濃度におよぼす影響

#### 3.1 諸言

第2章では、Nb を含まない SCM420 鋼（以下、Nb 無添加鋼）では、ガス浸炭後の表面炭素濃度（以下、Cs）に対して浸炭前の切削加工条件の影響は小さいが、Nb を微量添加した SCM420 鋼（以下、Nb 添加鋼）を高負荷切削加工した後にガス浸炭焼入れを施すと、Cs の異常低下が起こることを明らかにした。しかし、素材硬さや切削加工因子が Cs に与える影響や Cs の異常低下を防ぐ方法については明らかになっていない。

そこで本章では、切削加工前の素材硬さおよび切込み量、周速、送り速度の加工因子が Cs に与える影響について明らかにするとともに、Nb 添加肌焼き鋼の、Cs の異常低下を回避するための加工方法や熱処理方法を明らかにすることを目的に行った。

#### 3.2 実験方法

本研究には第2章と同じ JIS G4053 SCM420（Nb 無添加鋼）と、SCM420 をベースとして結晶粒粗大化抑制のため 0.06%Nb を微量添加した SCM420Nb（Nb 添加鋼）を用いた。本研究に用いた供試材の化学成分を Table3-1 に示す。受け入れ材はφ65mm に熱間圧延後空冷したものである。切削加工時の試験片の硬さを変えた実験には、受け入れ材と、受け入れ材を Fig. 3-1（a）に示す条件で加熱し油焼入れした材料（以下、油焼入れ材）、および Fig. 3-1（b）に示す条件で加熱し水焼き入れした材料（以下、水焼き入れ材）を使用した。これらの素材から Fig. 3-2 に示す直径の異なる部分を持つ円柱状試験片に機械加工した。

Table 3-1. Chemical composition of materials (mass%)

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Nb
SCM420 (Nb free steel)	0.21	0.24	0.82	0.017	0.027	0.98	0.15	0
SCM420Nb (Nb-bearing steel)	0.21	0.25	0.74	0.021	0.02	1.12	0.16	0.06

熱処理が異なる3種類の試験片を切り込み量、周速、送り速度を変えて切削加工した後、連続ガス浸炭炉にてガス浸炭焼入れを行った。切削加工ではφ50mm 部をクランプし、φ60mm 外径部を旋削加

工した。加工には超硬チップ（サンドビック CNMG120408-MM 2025）を用い、(株)森精機製 NL-2500 にて湿式旋削加工を行った。加工条件としては切込み量を 0.1, 1.0, 2.0mm の 3 水準, 周速を 0.8, 3.0, 5.8m/s の 3 水準, 送り速度を 0.1, 0.3, 0.5mm/rev の 3 水準に変化させ, 各水準の組み合わせにより全 27 種類の旋削加工を行った。本研究で用いた超硬チップは通常の切削加工では切込み量は 0.5mm 程度, 周速は 3.3m/s 程度, 送り速度は 0.2mm/rev 程度で用いられることが多い。本研究では, 通常の切削加工条件を中心に, 加工負荷の広い範囲をカバーした。ガス浸炭焼入れ条件を Fig. 3-3 に示す。ガス浸炭焼入れは DOWA サーモテック(株)製 ローラーハース型連続ガス浸炭炉にて 950℃ で合計 13.2ks 浸炭し, その後 150℃ に保持した油にて焼入れを行った。浸炭ガスとしてはプロパンガスを使用した。なお, Fig. 3-3 の CP はカーボンポテンシャル (Carbon Potential) を示す。また, 浸炭挙動に対する切削加工後の熱処理の影響を検討するために, 切込み量 2.0mm, 周速 5.8m/s, 送り速度 0.5mm/rev のシビアな条件で切削加工した試験片を, 電気炉を用いて大気中で 200℃, 600℃ (以下, 200, 600℃加熱酸化部品) で処理した後取り出して空冷した試料, 真空炉を用いて  $5 \times 10^{-3}$ Pa 以下の雰囲気中で 200, 600℃ (以下, 200, 600℃真空加熱部品) で処理した後 100℃ 以下になるまで炉冷し, その後空冷した試料, また, 常温の飽和食塩水に 48h 浸漬した後, 取り出して乾燥することを繰り返し, 計 144h 浸漬し酸化させた試料を作製した。電気炉での 200℃ 処理については 7.2ks および 10.8ks, 600℃ 処理については 3.6ks 保持した。酸化温度を 600℃ より高くすると, 試験片表面が酸化スケールにより大きく荒れたため 600℃ を最高加熱温度とした。また, 真空炉での 200℃, 600℃ 処理について 3.6ks 保持した。これらの試料を Fig. 3-3 に示す条件でガス浸炭焼入れを行った。本研究で作製した試験片の処理とその処理順序を Fig. 3-4 にまとめて示す。

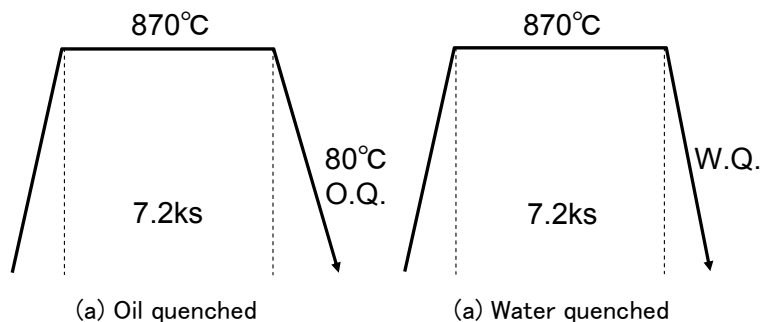


Fig.3-1 Heat treatment processes (a)Oil quenched (b)Water quenched.

ガス浸炭焼入れ後, 試料を電子線マイクロアナライザ (EPMA) による炭素濃度分布測定, マイクロビ

ツカースによる硬さ測定，光学顕微鏡による組織観察に供した。なお，硬さ測定では，断面の硬さ測定には 2.98N，試験片表面の硬さ測定には 98N の荷重を用いた。また，組織観察には腐食液として 5% ナイタルを用いた。

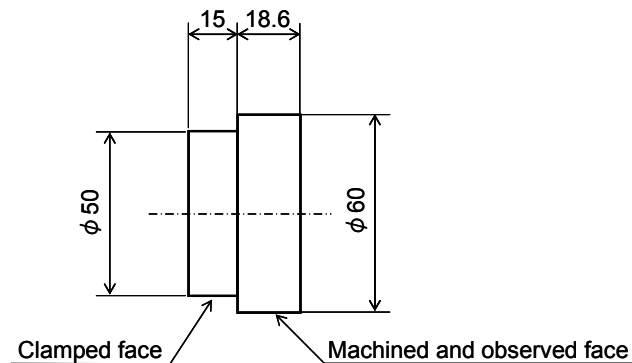


Fig.3-2 Schematic illustration of specimen.

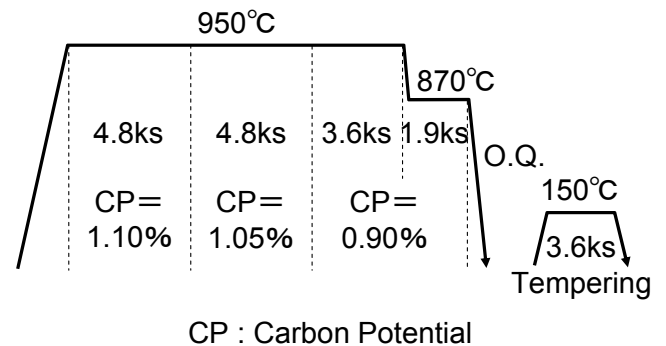


Fig.3-3 Gas-carburizing process.

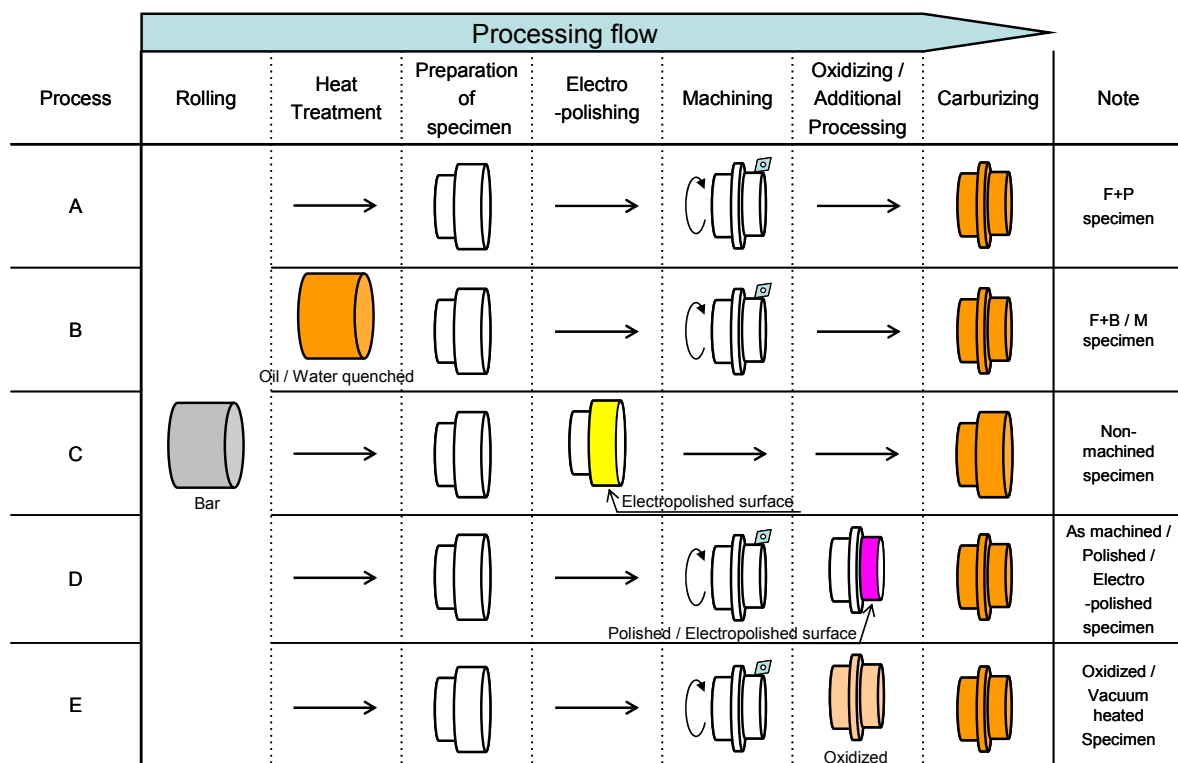


Fig.3-4 Flow chart of specimens preparation.

### 3.3 実験結果および考察

#### 3.3.1 素材熱処理およびガス浸炭結果

Fig. 3-5 に Nb 添加鋼の受け入れ材，油焼入れ材，および水焼き入れ材の光学顕微鏡組織を示す。受け入れ材ではフェライト+パーライト組織（以下，F+P 組織），油焼入れ材ではフェライト+ベイナイト組織

(以下、F+B 組織)，水焼入れ材ではマルテンサイト組織（以下、M 組織）となっていることがわかる。Fig. 3-6 に 3 種類の熱処理材から作製した試験片（各 27 個，合計 81 個）の表面硬さをビッカース（荷重 98N）により測定した結果を示す。硬さ測定は切削加工前の試験片の最表面に対して行った。F+P 組織の受け入れまま材の平均硬さは Hv172，F+B 組織の油焼入れ材の平均硬さは Hv277，M 組織の水焼入れ材の平均硬さは Hv382 であった。Fig. 3-6 には硬さの平均値とばらつきを示しており，受け入れ材は硬さのばらつきが小さいが，油焼入れ材，水焼入れ材の硬さのばらつきが±5%と比較的大きい。主な原因は，焼入れ材はトレイに積載した状態で熱処理炉内で加熱した後焼入れされているため，積載位置などによって冷却条件に差が生じたためと考えられる。

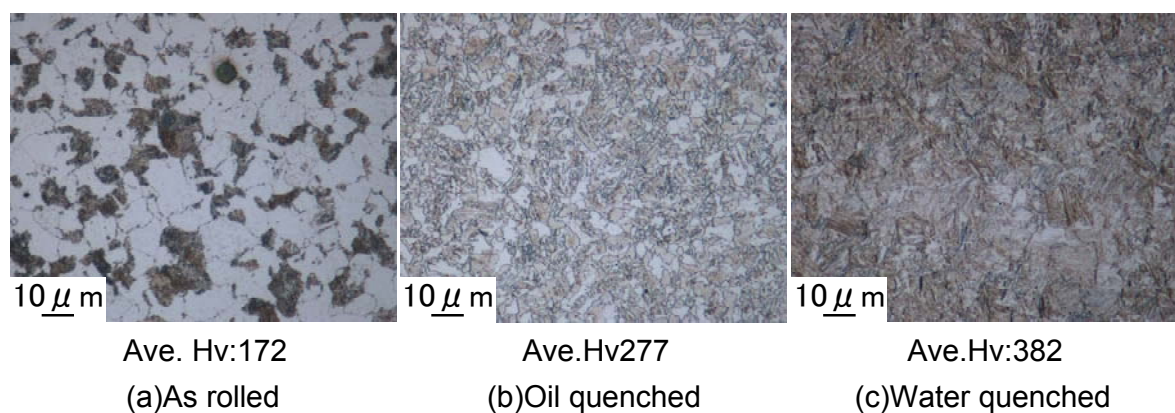


Fig.3-5 Microstructures of samples. (a)As rolled (b)Oil quenched (c)Water quenched.

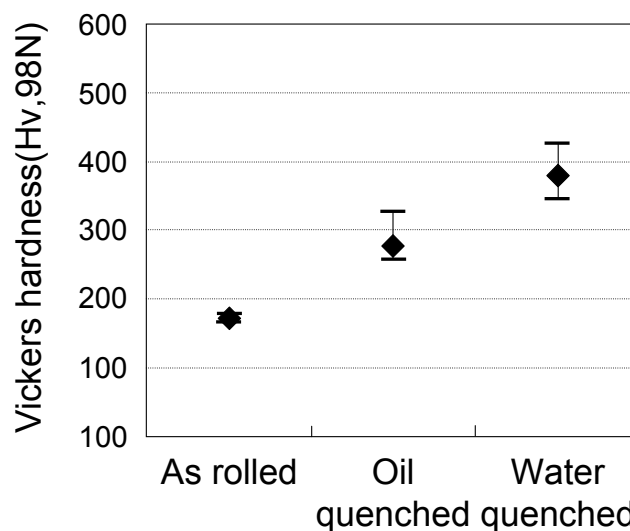


Fig.3-6 Vickers hardness of materials after heat treatment.

熱処理の異なる 3 種類の試験片を種々の加工条件で切削加工した後に浸炭焼入れを施した際の Cs を EPMA により測定した。Nb 添加鋼の一部試験片においては Fig. 3-4 のプロセス C に示すように，切削加

工前の試験片表面を電解研磨により  $40\mu\text{m}$  程度研磨し、理想的な無加工状態とした試験片（以下、電解研磨材）をガス浸炭し（以下、電解研磨浸炭材）、Cs を測定した。また、Nb 無添加鋼の受け入れまま材、油焼入れ材、水焼入れ材における電解研磨浸炭材の Cs、および受け入れまま材、油焼入れ材、水焼入れ材から作製した試験片を用いて、切削加工後ガス浸炭を施した際の Cs の値を測定した。Fig. 3-7 に Nb 添加鋼の受け入れ材をマイルド加工（切込み量  $0.1\text{mm}$ 、周速  $0.8\text{m/s}$ 、送り速度  $0.1\text{mm/rev}$ ）およびシビア加工（切込み量  $2.0\text{mm}$ 、周速  $5.8\text{m/s}$ 、送り速度  $0.5\text{mm/rev}$ ）し、浸炭焼入れした際の断面の光学顕微鏡写真を示す。マイルド加工した試験片は濃く腐食されているのに対して、シビア加工した試験片では淡く腐食されているのがわかる。それぞれの試料の表面において EPMA による炭素濃度とマイクロビッカースにより硬さを測定した結果、マイルド加工した試験片では Cs は  $0.65\%$  で硬さは  $740\text{Hv}$  であった。それに対しシビア加工した試験片では、Cs は  $0.38\%$  で硬さは  $563\text{Hv}$  とマイルド加工と比較して Cs も硬さも低いことが明らかとなった。鋼材の炭素活量に対する Nb の影響を考慮して計算される本 Nb 添加鋼の Cs は本研究で行ったガス浸炭条件では  $0.99\%$  程度であり<sup>1)</sup>、Nb 添加鋼においては浸炭前の鋼材のシビア加工によって浸炭後の Cs が大きく低下することが確かめられた。

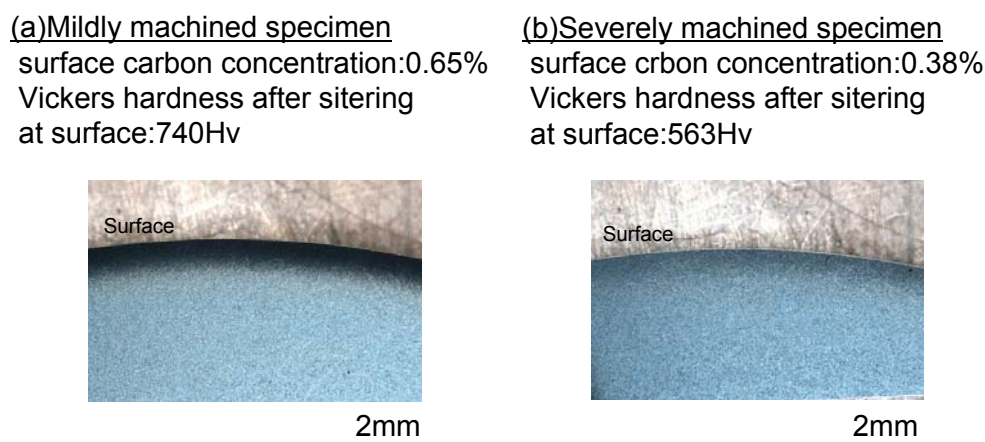


Fig.3-7 Carburized SCM420Nb F+P (Ave.Hv 172) specimen after machining.

(a) Mildly machined (b) Severely machined.

### 3.3.2 表面炭素濃度におよぼす素材硬さおよび加工条件の影響

Fig. 8 に切削加工前の素材硬さと Cs の関係をまとめて示す。Fig. 3-8 (a) には Nb 添加鋼の受け入れ材、油焼入れ材、水焼入れ材における電解研磨材と種々の条件で切削加工した全ての試験片の Cs を示す。Nb 添加鋼の切削加工試験片においては、いずれの熱処理材においても Cs の分布は  $0.4\sim 0.8\%$  の範

図にあり、本研究の結果からは  $C_s$  の値に対して素材硬さの影響は小さいことがわかった。今回行った最もマイルドな加工条件（切込み量 0.1mm, 周速 0.8m/s, 送り速度 0.1mm/rev）での  $C_s$  を実線で、ほぼ中間の加工条件（切込み量 1.0mm, 周速 3.0m/s, 送り速度 0.3mm/rev）の  $C_s$  を破線で示す。両者を比較すると、すべての組織で加工負荷が大きいと  $C_s$  は低くなる傾向にあることがわかる。また、通常の操業に近い加工条件（切込み量 1.0mm, 周速 3.3m/s, 送り速度 0.2mm/rev）よりもシビアな加工条件で加工した際の  $C_s$  を Closed mark で示す。Closed mark は  $C_s$  が低い傾向にあることがわかる。この結果から、通常の操業においても  $C_s$  の異常低下が起こり得ると考えられる。一方、Fig. 3-8 (b) には、3つの熱処理材の Nb 無添加鋼の電解研磨材と加工負荷の最も高い条件（切込み量 2.0mm, 周速 5.8m/s, 送り速度 0.5mm/rev）の  $C_s$  を示す。Nb 無添加鋼では、いずれの熱処理材においても加工負荷の最も高い条件で加工した場合でも、 $C_s$  の値は 1.0% 程度となっており、 $C_s$  の異常低下はほとんど認められない。この結果から、 $C_s$  の異常低下には Nb の存在が大きく影響していることがわかる。また、各熱処理材において電解研磨浸炭材の  $C_s$  を比較すると、Nb 無添加鋼の電解研磨浸炭材では、素材組織（硬さ）が異なっても  $C_s$  はほとんど変わらない。一方、Nb 添加鋼の電解研磨浸炭材では、F+P 組織では  $C_s$  は 1.02% と所定の値であるのに対して、F+B 組織では  $C_s$  は 0.85%, M 組織では  $C_s$  は 0.72% となっており、変態が低温になるにつれて  $C_s$  が低下することがわかった。

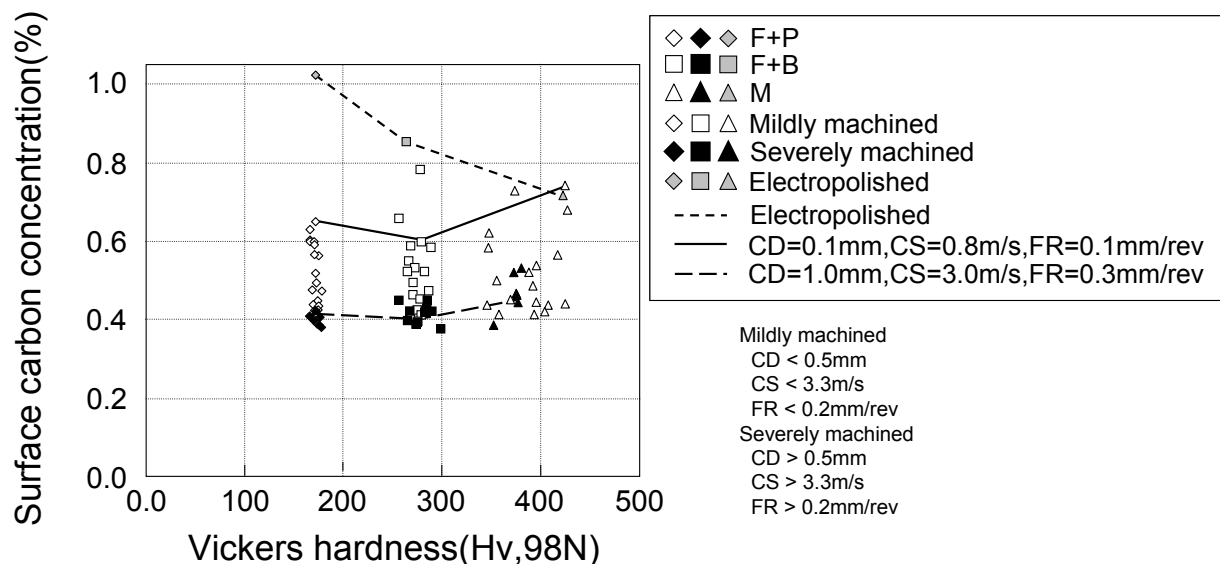


Fig.3-8(a) Relationship between Vickers hardness and surface carbon concentrations after carburizing in SCM420Nb.

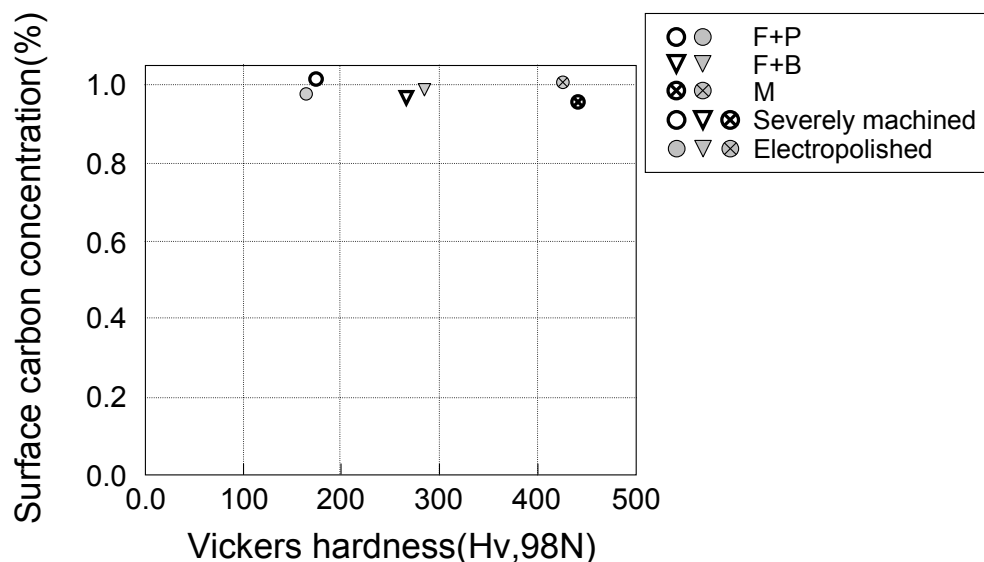


Fig.3-8(b) Relationship between Vickers hardness and surface carbon concentrations after carburizing in SCM420.

### 3.3.3 表面炭素濃度におよぼす加工条件の影響

Fig. 3-9 に受け入れままの Nb 添加鋼を種々の加工条件で加工した後に浸炭した際の  $C_s$  の値を、横軸に切削速度、縦軸に送り速度を取ったグラフに示す。Fig. 3-9 (a) は切込み量 0.1mm, Fig. 3-9 (b) は切込み量 1.0mm, Fig. 3-9 (c) は切込み量 2.0mm である。図中のプロットの横の数値はそれぞれの加工条件における  $C_s$  の値を表す。実線は  $C_s=0.6\%$  の境界、破線は  $C_s=0.5\%$  の境界を示す。Fig. 3-9 より、図の左下の領域ほど  $C_s$  の値が高く、右上に行くほど  $C_s$  の値が低下する傾向にあることがわかる。また、切込み量が大きくなるにつれて、 $C_s=0.6\%$ 、 $C_s=0.5\%$  を示す境界線が左に移動しており、切込み量 2.0mm ではすべての条件で  $C_s<0.6\%$  であった。つまり、切削加工条件がシビアである程その後のガス浸炭での  $C_s$  が低下し、切込み量 2.0mm では周速と送り速度の値を小さくしても、 $C_s$  が 0.6% を超えないことを示している。

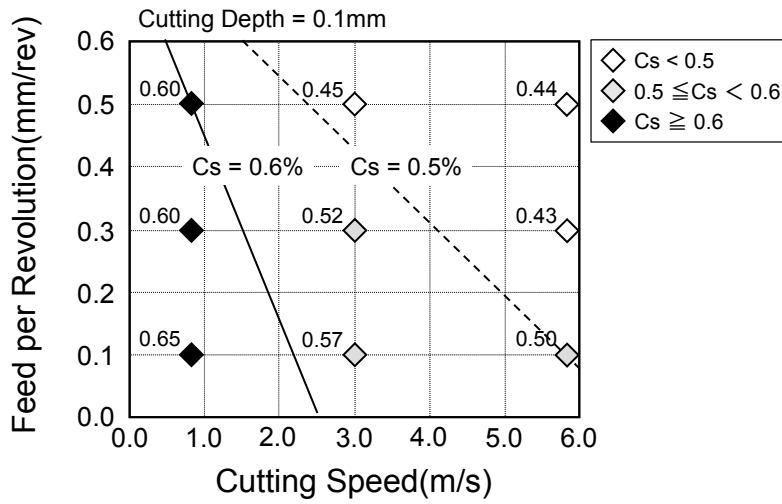


Fig.3-9(a) Relationship between surface carbon concentration, cutting speed and feed per revolution (cutting depth = 0.1mm) in SCM420Nb.

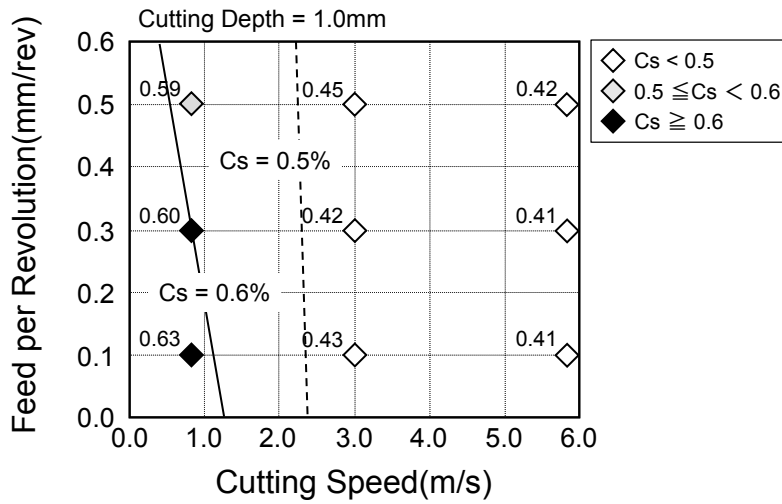


Fig.3-9(b) Relationship between surface carbon concentration, cutting speed and feed per revolution (cutting depth = 1.0mm) in SCM420Nb.

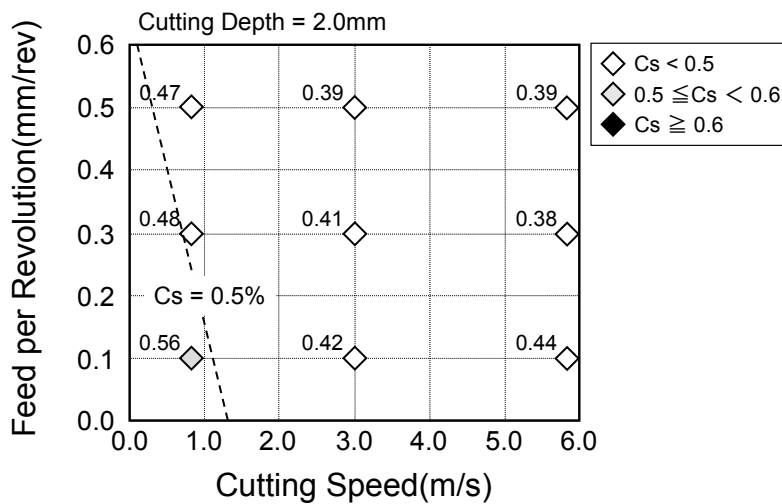


Fig.3-9(c) Relationship between surface carbon concentration, cutting speed and feed per revolution (cutting depth = 2.0mm) in SCM420Nb.



### 3.3.4 素材組織が炭素濃度分布におよぼす影響

Nb 添加鋼において、3 つの熱処理材における電解研磨浸炭材の炭素濃度分布を Fig. 3-10 に示す。各熱処理材での電解研磨浸炭材の  $C_s$  を比較すると、F+P 組織の受け入れ材では  $C_s$  は 1.02%，F+B 組織の油焼入れ材では  $C_s$  は 0.85%，M 組織の水焼入れ材では  $C_s$  は 0.72% と、低温変態組織になる程  $C_s$  が低下することがわかった。鋼内部への炭素濃度の分布は  $C_s$  と良い相関を示しており、表面から一定の距離における炭素濃度の低下は炭素の拡散が阻害されているのではなく、 $C_s$  の低下が原因であることがわかる。ガス浸炭では、オーステナイト単相温度域である  $A_3$  点以上まで加熱し炭素を浸入拡散させるので、浸炭前の素材組織の影響は受けないと考えられる。今回、電解研磨浸炭材で初期組織がマルテンサイトの場合  $C_s$  の低下が認められたことから、 $C_s$  の異常低下を引き起こす原因は、金属組織の影響が残っている浸炭の加熱中の  $A_3$  点以下で発生していると考えられる。つまりマルテンサイト組織のように多くの格子欠陥を含む場合には、電解研磨材であっても切削加工の場合と同様に  $C_s$  が低下すると考えられる。

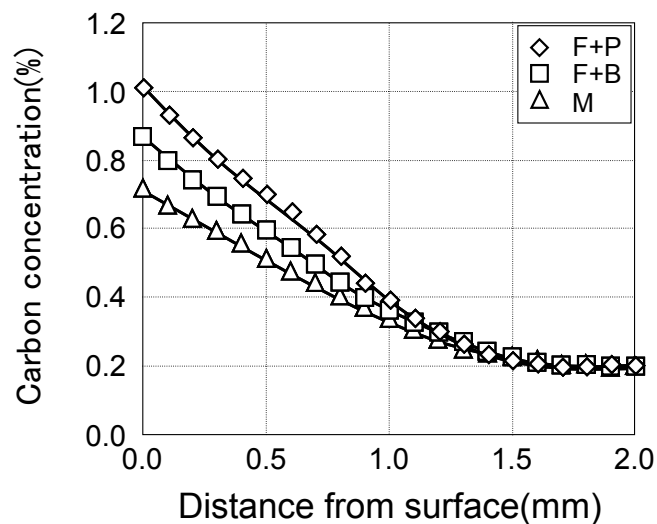


Fig.3-10 Measured carbon concentration profiles of SCM420Nb specimens carburized after electropolishing.

### 3.3.5 加工条件と表面炭素濃度の関係

本研究において観察された  $C_s$  の異常低下は、加工の影響を大きく受けている。そこで、通常の操業における浸炭前の組織である F+P 組織の受け入れまま材について、 $C_s$  を  $CD$ 、 $CS$ 、 $FR$  の関数として重回帰分析を行い、次式を得た。

$$C_s = 1.02 - \{0.37 + 0.05CD + 0.03CS + 0.11FR - 0.30(CD - 1.03)(FR - 0.30)\} \quad \dots (1)$$

ここで、

Cs : ガス浸炭後の表面炭素濃度 (mass%)

CD : 切込み量 (mm)

CS : 周速 (m/s)

FR : 送り速度 (mm/rev)

である.

(1) 式により求めた Cs の計算値と実験値との比較を Fig. 3-11 に示す. 実験値と計算値との差は最大で 0.1% 程度であり良好な一致を示す. (1) 式からも, 切込み量, 周速, 送り速度を上げて加工条件をシビアにするほど Cs が低下することがわかる. また, Cs の低下に対する切削加工因子の影響は, 送り速度が最も大きく, 続いて切込み量, 周速の順であった. 実操業において, 切削加工条件からある程度 Cs を予測することができれば, 所望の Cs を得るための切削加工条件設定の簡素化や浸炭後の品質の安定化が期待される. また, 所定の部位のみ強切削加工を施すことによって Cs の値を下げる可能性があるため, 切削加工の防炭への応用も期待される.

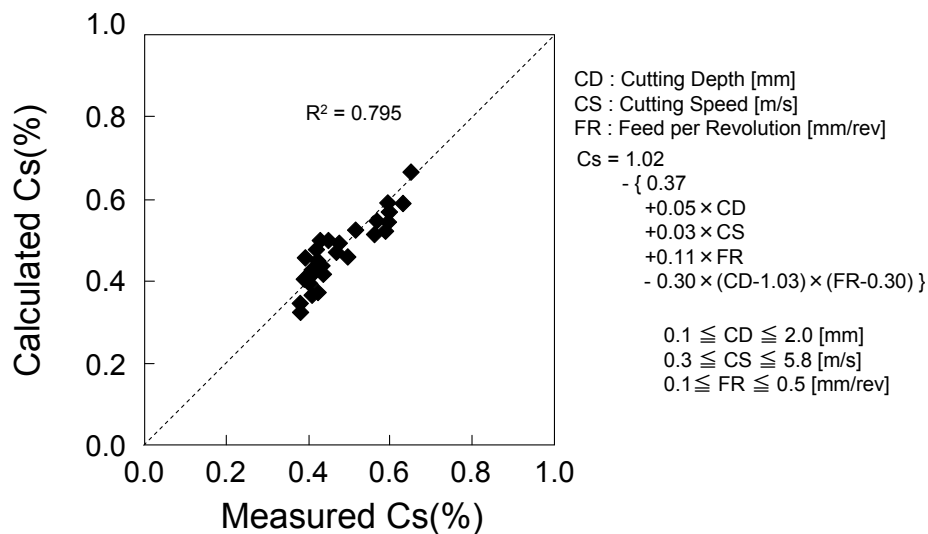


Fig.3-11 Relationship between measured and calculated value of surface carbon concentration in the F+P specimens.

### 3.3.6 切削動力と表面炭素濃度の関係

本研究の結果, 切削加工条件がシビアになる程, Cs が低下する傾向が明らかになった. そこで, 加工条件から推定される切削動力と Cs の関係について検討した. 切削動力は (2) 式<sup>2)</sup> で表される.

$$P = (CD \cdot CS \cdot FR \cdot K_c) / (1000\eta) \quad \dots (2)$$

また、比切削抵抗  $K_c$  はフェライト+パーライト組織の SCM 鋼において送り速度と比切削抵抗の関係<sup>2)</sup> から回帰分析により求めた (3) 式を用いて算出した。

$$K_c = 4400FR^2 - 5300FR + 4100 \quad \dots (3)$$

ここで、

$P$  : 切削動力 (kW)

$CD$  : 切込み量 (mm)

$CS$  : 周速 (m/s)

$FR$  : 送り速度 (mm/rev)

$K_c$  : 比切削抵抗 (MPa)

$\eta$  : 機械効率係数 (本研究では  $\eta = 0.8$  として計算)

である。

F+P 組織の受入れ材を種々の切削加工条件で加工した場合の  $P$  値を (2) と (3) 式により計算した。計算で求めた  $P$  の値と  $C_s$  の関係を Fig. 3-12 に示す。Fig. 3-12 より、切削動力  $P$  が大きくなる程、 $C_s$  が低下する傾向にあることがわかる。また、 $C_s$  と  $P$  の関係は次式で表され、Fig. 3-12 中に実線で示す。

$$C_s(\%) = 0.5 - 0.1 \log P(kW) \quad \dots (4)$$

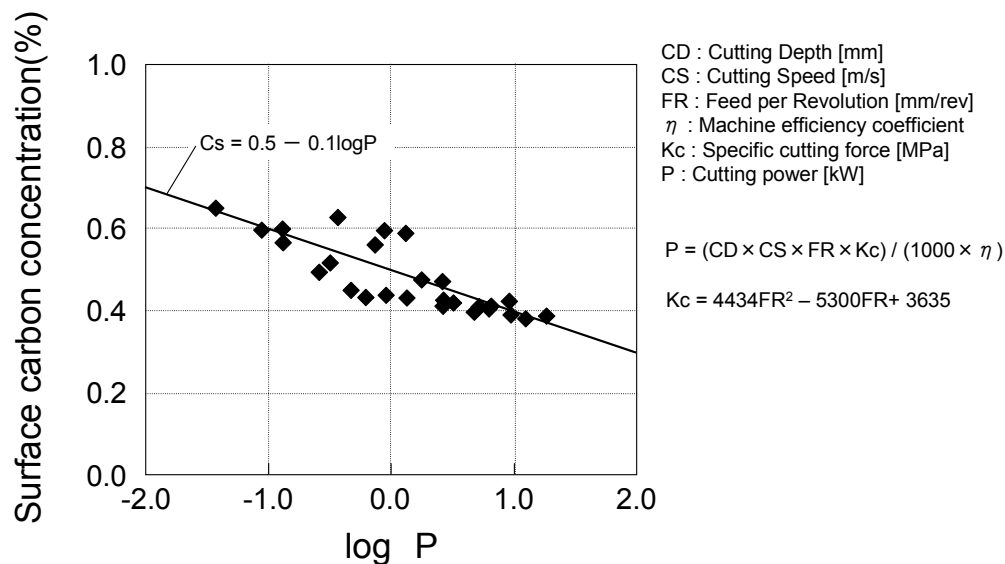


Fig.3-12 Relationship between cutting power( $P$ ) and surface carbon concentration( $C_s$ ).

### 3.3.7 Nb 添加鋼における表面炭素濃度の回復対策

Nb 添加鋼では、電解研磨浸炭材で Cs が 1.0% となる浸炭条件において、切込み量 0.1mm、周速 0.83m/s、送り速度 0.1mm/rev の極めてマイルドな加工によっても Cs が 0.65% へと大きく低下し、表面硬さも電解研磨浸炭材の Hv800 程度から 740Hv 程度へと低下した。加工条件をシビアにするにつれて Cs はさらに低下し、部品の表面硬さも低下した。切削加工工程の生産性向上のためには、よりシビアな加工条件にする必要があるが、そうすれば耐摩耗性など Cs に大きく依存する機械特性の低下を招く恐れがある。そこで、シビアな加工条件でも所望の Cs を得る方法を検討した。

#### 1) 研磨 (polishing) および電解研磨 (electropolishing) による表面加工層除去

まず、切削加工した後に加工層を除去する方法について検討した。Fig. 3-2 に示す形状の試験片にシビア加工（切込み量 2.0mm、周速 5.8m/s、送り速度 0.5mm/rev）を施し、浸炭条件を一定にするため、同一試験片上に①シビア加工ままの領域、②切削加工痕がなくなるまで #1200 の研磨紙で研磨した領域、および③研磨紙で研磨した後、電解研磨によりさらに加工層を約 40  $\mu$ m 除去した領域を作製した。本実験の加工手順を Fig. 3-4 の D プロセスに示す。この試験片をこれまでと同じように Fig. 3-3 に示す浸炭条件にてガス浸炭した後、組織観察および EPMA による炭素濃度観察に供した。ガス浸炭焼入れ前の加工部の外観写真、およびガス浸炭焼入れ後の断面の光学顕微鏡写真を Fig. 3-13 に示す。シビア加工ままの部分での腐食は淡く浅いのに対して、研磨紙によりシビア加工層を除去した部分は約 0.7mm の深さまで濃く腐食されており、さらに電解研磨した部分は約 1.2mm の深さまで濃く腐食されている。そこで、それぞれの表面で EPMA による炭素濃度分布およびマイクロビッカースによる硬さ分布の測定を行った。Fig. 3-14 に炭素濃度分布を測定した結果を示す。Fig. 3-14 から、シビア加工ままの部分は Cs が 0.38% であり、Cs の異常低下が確認される。これに対して、研磨紙によりシビア加工層を除去した部分は Cs が 0.72% となっており、Cs の回復が認められた。さらに、電解研磨により加工層を除去した部分では Cs が 0.87% となっており、シビア加工ままの部分の Cs と比較して Cs の大幅な回復が認められた。研磨紙によりシビア加工層を除去した部分の Cs が電解研磨した部分の Cs と比較して低い理由として、シビア加工層は除去されたが、研磨紙による加工の影響が現れた可能性が考えられる。Fig. 3-15 に硬さ分布を示す。炭素濃度分布に対応した硬さ分布となっている。一般的には、ガス浸炭焼入れされた自動車部品の表面硬さは Hv700~800 程度、また、表面から HRC50 (Hv513) 位置までの硬化層深さは 1.0mm 程度で管理される場合が多い。それに対して、シビア加工ままの部分の表面硬さは Hv510 と低く硬化層深

さも浅いため、浸炭部品に要求される硬さを満足していない。一方、研磨紙によりシビア加工層を除去した部分の表面硬さは Hv785、また電解研磨まで施した部分の表面硬さは Hv806、硬化層深さも 1.0mm 程度と、満足する表面硬さおよび硬化層深さが得られている。以上の結果から、実際の操業においては、シビア加工した場合、研磨によりシビア加工層を除去することによって、Cs および硬さを回復させることが可能である。

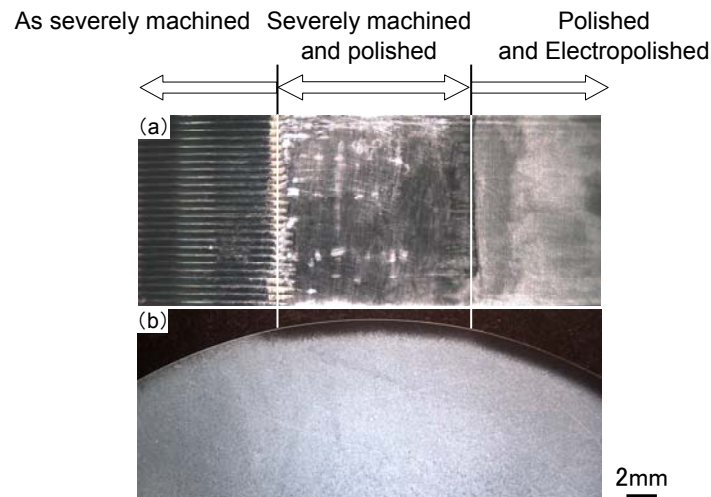


Fig.3-13 Optical micrograph of specimen (a)surface before carburizing (b)cross section after carburizing. Pictures of specimen surface are as machined (left), polished 40  $\mu$  m in depth by emery paper(center) and further electropolished 40  $\mu$  m in depth(right).

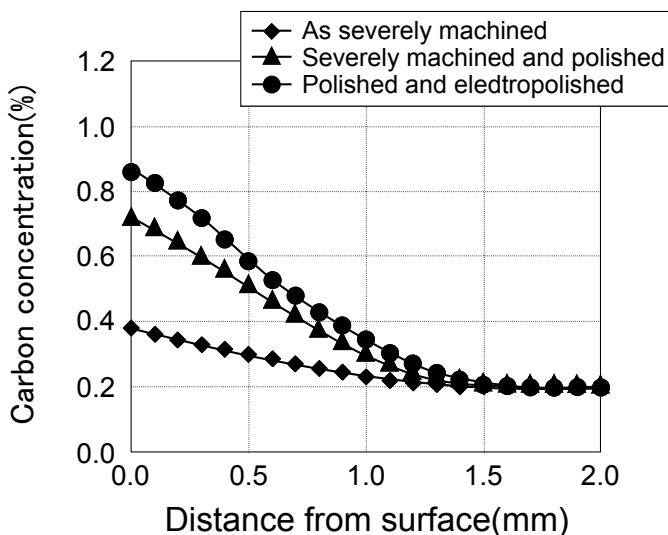


Fig.3-14 Measured carbon concentration profiles of SCM420Nb specimens carburized after severe machining, polished by emery paper and electropolished.

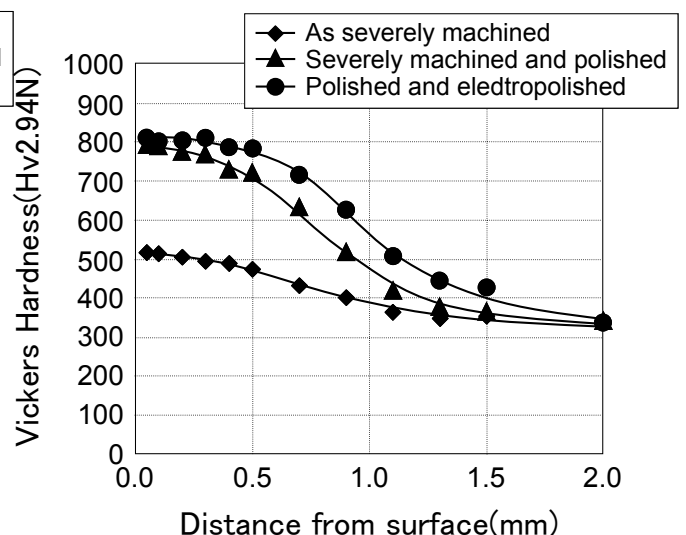


Fig.3-15 Vickers hardness distribution of carburized SCM420Nb specimens as severely machined, polished and electropolished.

## 2) 切削加工後の熱処理による方法

シビア加工した Nb 添加鋼において Cs を回復させるための対策として、前項では研磨により加工層を取り除く方法が有効であることを述べた。しかし、実際の操業でシビア加工層を除去する工程を追加した場合、除去状態の管理が困難である。そこで、機械加工に依らない方法として、切削加工後に熱処理を施した後、ガス浸炭焼入れを行う方法について検討した。耐熱鋼などの高 Cr 合金では浸炭中に表面に生成する緻密な Cr 保護被膜の影響で浸炭が進まない、もしくは炭素濃度が低下することが知られている。このような高 Cr 合金における浸炭対策として、浸炭前に大気中で加熱し、Cr 酸化膜に代えて、ポアやクラックの多い鉄系酸化物を生成させ浸炭する方法が報告されている<sup>3,4)</sup>。この予備酸化処理が本研究のような 1%程度の低い Cr 濃度であっても有効かどうかを検討した。本研究では、試験片にシビア加工（切込み量 2.0mm, 周速 5.8m/s, 送り速度 0.5mm/rev）を施した後、種々の温度での大気中加熱酸化処理、真空炉を用いた加熱処理（真空加熱処理）および飽和食塩水に浸漬して酸化させた塩水酸化処理を施した後、ガス浸炭を行い浸炭挙動を観察した。本実験の試験片の加工手順を Fig. 3-4 のプロセス E に示す。加熱酸化処理、真空加熱処理、および塩水酸化処理後のシビア加工部表面の状態を Fig. 3-16 (a) ~ (g) に示す。200℃加熱酸化部品では処理時間が長くなるにつれ、金属光沢は失わずわずかに赤みが増す傾向であった。600℃加熱酸化部品では完全に金属光沢を失い、表面は灰色であった。真空加熱部品は処理後も表面に金属光沢があり、200℃真空加熱部品ではシビア加工ままの部品との違いは認められなかった。600℃真空加熱部品は 200℃加熱酸化部品と同程度の外観であった。塩水酸化部品は金属光沢を失い、表面は灰色であった。Fig. 3-16 (a') ~ (g') に、シビア加工まま、加熱酸化処理および真空加熱処理後浸炭を施した後の断面の光学顕微鏡写真を示す。シビア加工ままの部品の腐食は淡く浅く、Cs が低下していることがわかる。7.2ks, 10.8ks 保持した 200℃加熱酸化部品では一様に腐食が淡く浅く、Cs の回復は認められなかった。600℃加熱酸化部品は全体が濃く腐食されており、Cs の回復が認められた。塩水酸化部品においても全体が濃く腐食されており、Cs の多少の回復が認められたが、600℃加熱酸化処理部品と比較して腐食は浅かった。次に、それぞれの浸炭後試験片で EPMA により Cs を測定した。Fig. 3-17 に処理温度と Cs の関係を示す。シビア加工ままの部品の Cs は 0.41%と低い。また、200℃で 7.2ks および 10.8ks 保持した加熱酸化部品はそれぞれ Cs が 0.38%と 0.39%となっており、Cs は低いままである。一方、600℃加熱酸化部品の Cs は 0.99%となっており、シビア加工ままの部品と比較して Cs の大幅な回復が認められた。真空加熱部品は処理温度に関係なく Cs は低いままであ

った。また、塩水酸化部品の  $C_s$  は 0.54% であり、 $C_s$  の多少の回復が認められた。

600°C での大気中加熱で  $C_s$  が回復した原因としては、鋼表面に Fe 酸化物が生成し、ガス浸炭中に炭素の浸入を妨げる  $Cr_2O_3$  膜の生成を抑制したことが考えられる。また、常温での塩水酸化で  $C_s$  が多少回復し、600°C 加熱酸化処理でさらに大きく  $C_s$  が回復したことから、酸化膜の種類も  $C_s$  に影響を与えると考えられる。真空中の加熱では、雰囲気に含まれる僅かな量の酸素により、加熱中に  $Cr_2O_3$  膜がある程度生成しており  $C_s$  が低下したことが考えられる。

以上の結果から、切削加工後ガス浸炭を施す前に加熱酸化処理を行うことによって浸炭後に所望の  $C_s$  を得られることが確認された。ガス浸炭前の加熱酸化処理により部品表面に生成した Fe 酸化膜は、酸素分圧の低いガス浸炭雰囲気下では還元され、予想される脱炭層も浸炭中に回復する。従って、表面粗さに影響を与えない温度域での加熱酸化処理であれば、ガス浸炭後の面粗度に対して大きな影響を与えないと考えられる。また、 $C_s$  の低い場所を部分的に得たい場合には、部品全体を酸化処理した後に、低い  $C_s$  が必要な部位に対してのみシビア加工を施し、ガス浸炭を行うことで、部分的に  $C_s$  を低下させることが可能であると考えられる。

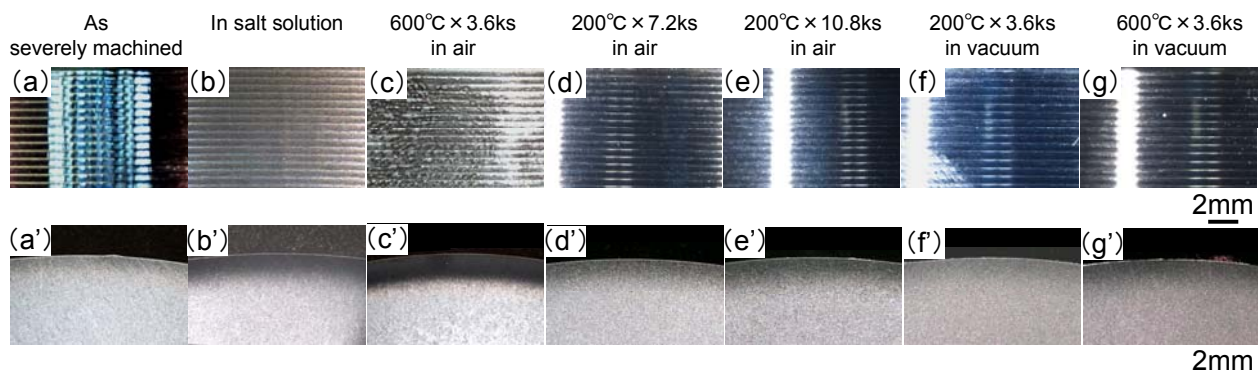


Fig.3-16 Optical micrograph of oxidized SCM420Nb specimens before carburizing.

(a)As severely machined, (b)oxidized in salt water (c)oxidized in air at 600°C × 3.6ks (d)oxidized in air at 200°C × 7.2ks (e)oxidized in air at 200°C × 10.8ks and (f)heated in vacuum at 200°C × 3.6ks (g)heated in vacuum at 600°C × 3.6ks. Cross section pictures after etching. (a')As severely machined, (b')oxidized in salt water (c')oxidized in air at 600°C × 3.6ks (d')oxidized in air at 200°C × 7.2ks (e')oxidized in air at 200°C × 10.8ks and (f')heated in vacuum at 200°C × 3.6ks (g')heated in vacuum at 600°C × 3.6ks.

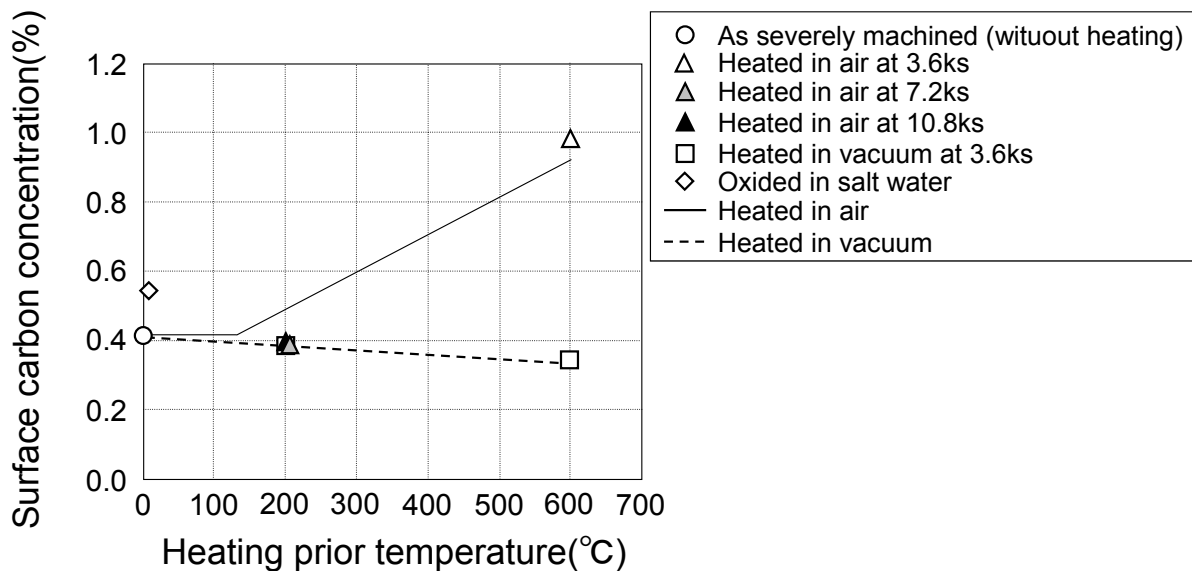


Fig.3-17 Relationship between heating temperature and surface carbon concentration of carburized specimens.

### 3.4 結言

本章では Nb 添加鋼（SCM420Nb）と Nb 無添加鋼（SCM420）の 2 種類の肌焼き鋼を用いて、切削加工前組織および切削加工条件がガス浸炭後の表面炭素濃度（ $C_s$ ）に与える影響について検討した。また、実操業において所望の  $C_s$  を得るための対策を検討した。以下に、本研究によって得られた結果を示す。

1. Nb 無添加鋼では、切削加工条件による  $C_s$  への影響はほとんど認められなかった。一方、Nb 添加鋼では、切削加工条件がシビアになる程  $C_s$  が低下する傾向が認められた。
2. Nb 無添加鋼では、素材の組織や硬さに依らず、無加工浸炭材の  $C_s$  は 1.0%程度であった。一方、Nb 添加鋼の電解研磨浸炭材では、フェライト+パーライト組織で  $C_s$  が 1.0%であったが、ベイナイトやマルテンサイトの低温変態組織になる程、 $C_s$  が低下することがわかった。
3. フェライト+パーライト組織の Nb 添加鋼において、切込み量，周速，送り速度の加工因子によりガス浸炭後の  $C_s$  を予測する回帰式を導出した。 $C_s$  の低下にあたる影響は送り速度，切込み量，周速の順で大きく、 $C_s$  は切削動力  $P$  の対数に比例して低下することがわかった。
4. Nb 添加鋼において、鋼材表面にシビア加工を施した場合でも、表面加工層を研磨により除去する方法と、ガス浸炭前に 600℃以下の大気中で酸化処理を施す方法により、無加工材と同じ高い  $C_s$  を得ることが可能であることがわかった。



## Caption List (Figure)

Fig.3 - 1 Heat treatment processes (a)Oil quenched (b)Water quenched.

Fig.3 - 2 Schematic illustration of specimen.

Fig.3 - 3 Gas-carburizing process.

Fig.3 - 4 Flow chart of specimens preparation.

Fig.3 - 5 Microstructures of samples. (a)As rolled (b)Oil quenched (c)Water quenched.

Fig.3 - 6 Vickers hardness of materials after heat treatment.

Fig.3 - 7 Carburized SCM420Nb F+P(Ave.Hv 172) specimen after machining. (a)Mildly machined (b)Severely machined.

Fig.3 - 8(a) Relationship between Vickers hardness and surface carbon concentrations after carburizing in SCM420Nb.

Fig.3 - 8(b) Relationship between Vickers hardness and surface carbon concentrations after carburizing in SCM420.

Fig.3 - 9(a) Relationship between surface carbon concentration, cutting speed and feed per revolution (cutting depth = 0.1mm) in SCM420Nb.

Fig.3 - 9(b) Relationship between surface carbon concentration, cutting speed and feed per revolution (cutting depth = 1.0mm) in SCM420Nb.

Fig.3 - 9(c) Relationship between surface carbon concentration, cutting speed and feed per revolution (cutting depth = 2.0mm) in SCM420Nb.

Fig.3 - 10 Measured carbon concentration profiles of SCM420Nb specimens carburized after electropolishing.

Fig.3 - 11 Relationship between measured and calculated value of surface carbon concentration in the F+P specimens.

Fig.3 - 12 Relationship between cutting power(P) and surface carbon concentration(Cs).

Fig.3 - 13 Optical micrograph of specimen (a)surface before carburizing (b)cross section after carburizing.

Pictures of specimen surface are as machined (left), polished 40  $\mu$  m in depth by emery paper(center) and further electropolished 40  $\mu$  m in depth(right).

Fig.3 - 14 Measured carbon concentration profiles of SCM420Nb specimens carburized after severe machining,

polished by emery paper and electropolished.

Fig.3 - 15 Vickers hardness distribution of carburized SCM420Nb specimens as severely machined ,polished and electropolished.

Fig.3 - 16 Optical micrograph of oxidized SCM420Nb specimens before carburizing.

(a)As severely machined, (b)oxidized in salt water (c)oxidized in air at  $600^{\circ}\text{C} \times 3.6\text{ks}$  (d)oxidized in air at  $200^{\circ}\text{C} \times 7.2\text{ks}$  (e)oxidized in air at  $200^{\circ}\text{C} \times 10.8\text{ks}$  and (f)heated in vacuum at  $200^{\circ}\text{C} \times 3.6\text{ks}$  (g)heated in vacuum at  $600^{\circ}\text{C} \times 3.6\text{ks}$ . Cross section pictures after etching. (a' )As severely machined, (b' )oxidized in salt water (c' )oxidized in air at  $600^{\circ}\text{C} \times 3.6\text{ks}$  (d' )oxidized in air at  $200^{\circ}\text{C} \times 7.2\text{ks}$  (e' )oxidized in air at  $200^{\circ}\text{C} \times 10.8\text{ks}$  and (f' )heated in vacuum at  $200^{\circ}\text{C} \times 3.6\text{ks}$  (g' )heated in vacuum at  $600^{\circ}\text{C} \times 3.6\text{ks}$ .

Fig.3 - 17 Relationship between heating temperature and surface carbon concentration of carburized specimens.

Caption List (Table)

Table 3 - 1 Chemical composition of materials (mass%)

## 【Reference】

- 1) Y. Eto, M. Umemoto, K. Sasaki and M. Yoshida: Tetsu-to-Hagané, 99 (2013), 706
- 2) Mitsubishi Materials Corporation Technical  
data: <http://www.mitsubishicarbide.com/mmc/jp/formula.html>
- 3) M. L. Schmidt: J. Heat. Treat, 8 (1990), 5
- 4) L. Nobili, P. Cavallotti and M. Pesetti: Metall. Mater. Trans. A, 41 (2010), 460

## 第4章 表面炭素濃度低下現象における添加元素の影響と異常低下メカニズム

### 4.1 諸言

第2章、第3章では、Nb 無添加および Nb 添加肌焼き鋼を使って切削加工条件を変化させ、浸炭挙動を調べた。その結果、Nb を含まない SCM420 鋼（以下、Nb 無添加鋼）では、ガス浸炭後の表面炭素濃度（以下、 $C_s$ ）に対して浸炭前の切削加工条件の影響は小さいが、Nb を微量添加した SCM420 鋼（以下、Nb 添加鋼）を高負荷切削加工した後にガス浸炭焼入れを施すと、 $C_s$  の異常低下が起こることを明らかにした。しかし、 $C_s$  の異常低下の原因およびメカニズムについては明らかになっていない。そこで本章では、Cr、Nb 添加量および切削加工が  $C_s$  に及ぼす影響と、 $C_s$  の異常低下の原因およびメカニズムを明らかにすることを目的とした。

### 4.2 実験方法

本研究では、自動車部品に一般的に用いられる JIS G4053 SCM420 の化学組成を基本として Cr、Nb の添加量を変化させた 12 鋼種を溶解した。供試材の化学成分を Table 4-1 に示す。素材は真空溶解により 50kg インゴットに鑄造し、900℃で  $\phi 65\text{mm}$  に鍛伸し、1300℃で 10.8ks 溶体化処理した後水冷し、さらに 900℃で 3.6ks 焼準処理を行った。これらの素材から機械加工により Fig. 4-1 に示す形状の試験片を作製した。作製した試験片を切込み量、周速、送り速度を変えて切削加工した後、連続ガス浸炭炉にてガス浸炭焼入れを行った。切削加工では  $\phi 50\text{mm}$  部をクランプし、 $\phi 60\text{mm}$  外径部を旋削加工した。加工には超硬チップ（サンドビック CNMG120408-MM 2025）を用い、(株)森精機製 NL-2500 にて湿式旋削加工を行った。切削加工シビアとマイルドの条件で行ったが、シビア加工条件としては切込み量 2.0mm、周速 5.8m/s、送り速度 0.5mm/rev、マイルド加工条件としては切込み量 0.1mm、周速 0.8m/s、送り速度 0.1mm/rev とした。さらに切削加工前の試験片表面を電解研磨により研磨し、理想的な無加工状態とした試験片を用意した。

ガス浸炭焼入れは DOWA サーモテック(株)製ローラーハース型連続ガス浸炭炉にて 950℃で合計 13.2ks 浸炭し、その後 150℃に保持した油にて焼入れを行った。浸炭ガスとしてはプロパンガスを使用した。ガス浸炭焼入れ条件を Fig. 4-2 に示す。なお、図中の CP はカーボンポテンシャル (Carbon Potential) である。

ガス浸炭焼入れ後、試料を電子線マイクロアナライザ（EPMA）による炭素濃度分布測定、光学顕微鏡および電解放射走査型電子顕微鏡（FE-SEM）による組織観察、X線光電子分光分析（XPS）による試料表面の元素分析および組成分析に供した。なお、組織観察には腐食液として5%ナイトルを用いた。

Table 4-1. Chemical composition of materials (mass%)

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Nb
Steel A	0.20	0.25	0.80	0.023	0.020	<0.01	0.15	<0.005
Steel B	0.20	0.25	0.80	0.023	0.022	<0.01	0.15	0.050
Steel C	0.20	0.24	0.80	0.020	0.020	<0.01	0.15	0.100
Steel D	0.20	0.25	0.79	0.020	0.019	0.50	0.14	<0.005
Steel E	0.20	0.26	0.79	0.020	0.019	0.50	0.16	0.050
Steel F	0.20	0.26	0.79	0.021	0.019	0.50	0.14	0.100
Steel G	0.20	0.25	0.79	0.020	0.019	1.00	0.15	<0.005
Steel H	0.20	0.26	0.79	0.019	0.018	1.00	0.14	0.050
Steel I	0.20	0.25	0.79	0.020	0.020	1.00	0.14	0.100
Steel J	0.20	0.26	0.80	0.019	0.020	2.00	0.14	<0.005
Steel K	0.20	0.26	0.80	0.020	0.020	2.00	0.15	0.050
Steel L	0.20	0.26	0.79	0.020	0.020	2.00	0.15	0.100

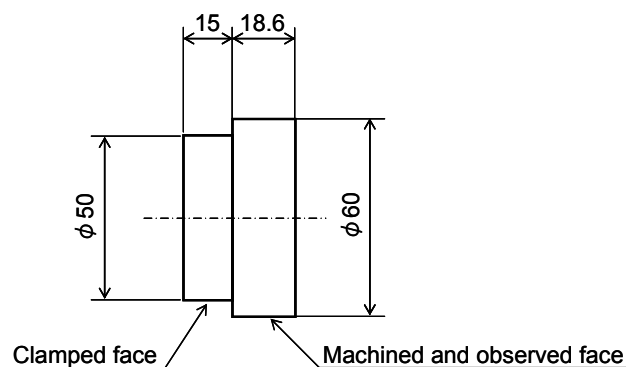


Fig.4-1 Schematic illustration of specimen.

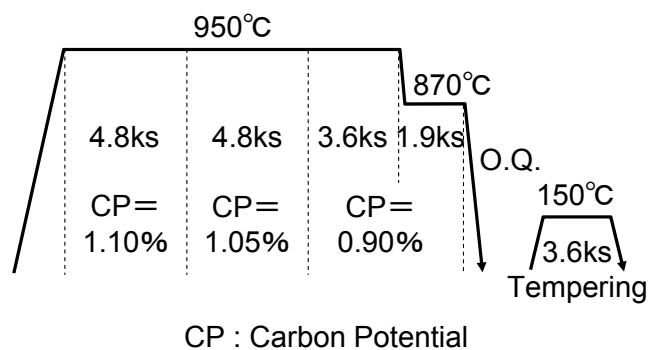


Fig.4-2 Gas-carburizing process.

### 4.3 実験結果および考察

#### 4.3.1 表面炭素濃度の異常低下におよぼす Cr, Nb 添加および切削加工の影響

Cr, Nb 添加量の異なる 12 種類の鋼に対して、電解研磨、マイルド加工、シビア加工の 3 つの加工条

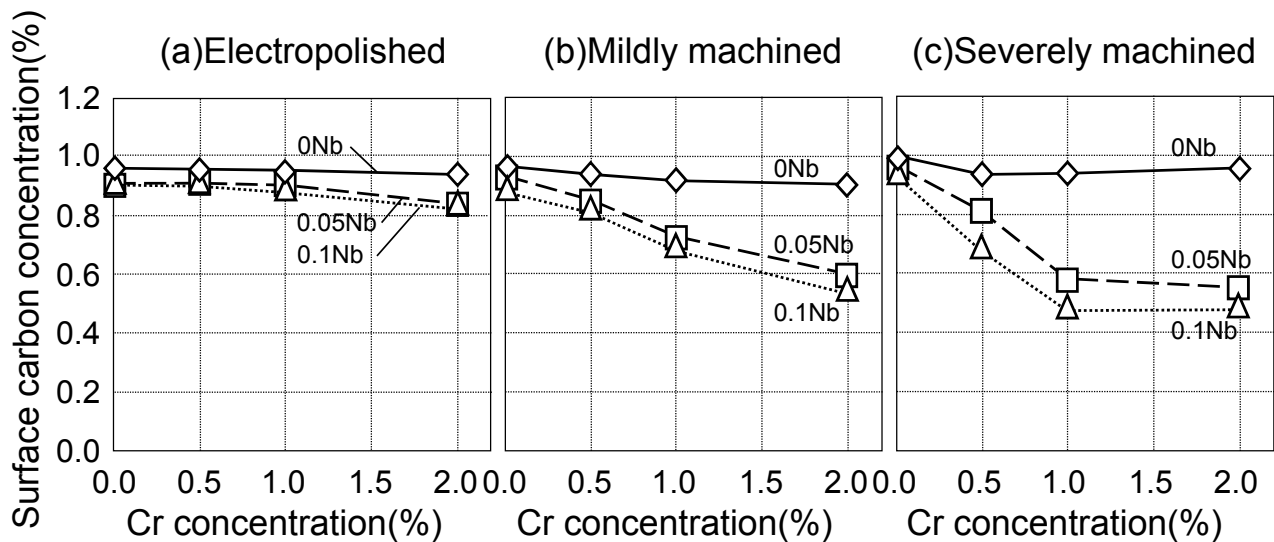


Fig.4-3 Relationship between Cr,Nb concentration and surface carbon concentration.

件で加工後ガス浸炭し、CsをEPMAにより測定した。Fig. 4-3に、CsのCr添加量による変化を示す。Fig. 4-3

(a)は電解研磨した試料の結果である。電解研磨した後浸炭した試料（以下、電解研磨浸炭材）において、Nbの添加されていない試料（以下、0%Nb材）ではCr添加量に依らずCsはほぼ一定の値となっている。一方、Nbが0.05%（以下、0.05%Nb材）および0.1%（以下、0.1%Nb材）添加した試料では、CsはCr量の増加と共に減少するが、その減少量は僅かであり、Crを2.0%添加した試料（以下、2.0%Cr材）でもCsの低下は0.1%程度であった。Fig. 4-3 (b)はマイルド加工後にガス浸炭を施した試料（以下、マイルド加工浸炭材）のCsのCr添加量による変化を示す。0%Nb材ではCrの添加量に依らずCsは0.9%でほぼ一定であった。しかし、0.05%Nb材および0.1%Nb材については、Cr添加量の増加に伴いCsが低下し、Cr添加量が2.0%の試料では0.05%Nb材でCsが0.6%、0.1%Nb材でCsが0.55%であった。マイルド加工浸炭材では、すべてのCr量で0.1%Nb材のCsが0.05%Nb材のCsよりも約0.05%低下した。Fig. 4-3 (c)はシビア加工後にガス浸炭を施した試料（以下、シビア加工浸炭材）のCsを示す。シビア加工浸炭材においても、0%Nb材はマイルド加工浸炭材と同様にCrの添加量に依らずCsはほぼ一定の値であった。しかし、0.05%Nb材および0.1%Nb材では、Cr添加量の増加に伴いCsが大きく低下し、Cr添加量が1.0%の試料では0.05%Nb材でCsが0.58%、また0.1%Nb材では0.49%まで低下した。Crが1.0%から2.0%まで増加してもCsは殆ど変化しなかった。シビア加工浸炭材においてもマイルド加工浸炭材と同様に、同一Cr添加量の試料でもNb添加量の増加に伴いCsが低下する傾向であった。以上のことから、Csの異常低下はCrおよびNbの添加で顕著になることがわかった。更に、

切削加工条件がシビアになる程、Cs の異常低下現象が顕著に表れることがわかった。1%という僅かな Cr 添加量で、Cs に対して Nb 添加や加工の影響が顕著に現れるという報告はこれまで見当たらない。

#### 4.3.2 切削動力と表面炭素濃度の関係

本研究の結果、切削加工条件がシビアである程、Cs が低下する場合があることが明らかになった。そこで、切削動力と Cs の関係について検討した。切削動力は (1) 式<sup>1)</sup> で表される。

$$P = (CD \cdot CS \cdot FR \cdot Kc) / (1000\eta) \quad \dots (1)$$

また、比切削抵抗 Kc はフェライト+パーライト組織の SCM 鋼において送り速度と比切削抵抗の関係<sup>1)</sup> から回帰分析により求めた (2) 式を用いて算出した。

$$Kc = 4400FR^2 - 5300FR + 4100 \quad \dots (2)$$

ここで、

P : 切削動力 (kW)

CD : 切込み量 (mm)

CS : 周速 (m/s)

FR : 送り速度 (mm/rev)

Kc : 比切削抵抗 (MPa)

$\eta$  : 機械効率係数 (本研究では  $\eta = 0.8$  として計算)

である。

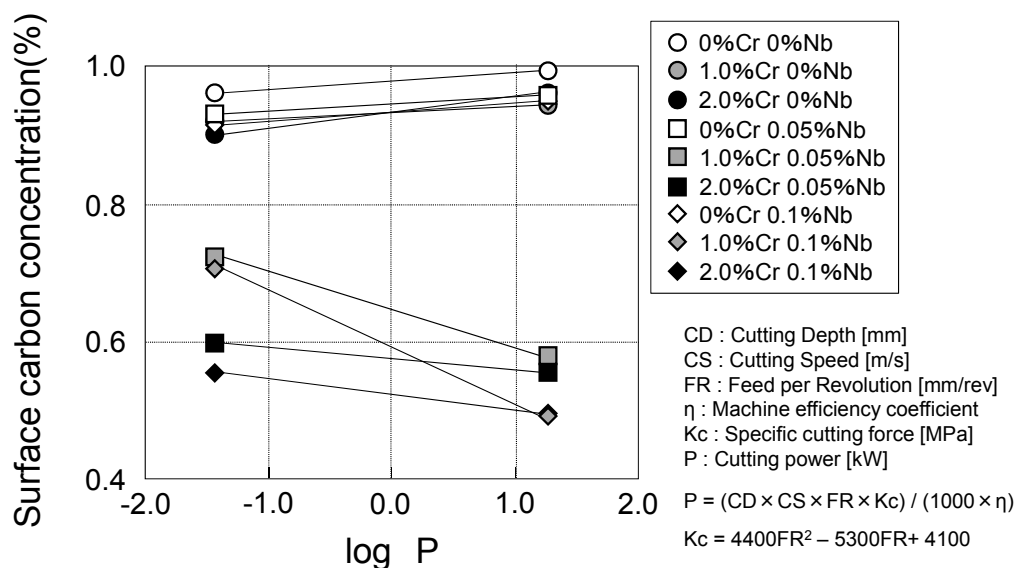


Fig.4-4 Relationship between cutting power(P) and surface carbon concentration(Cs).

(1), (2) 式より算出したマイルド加工条件およびシビア加工条件での切削動力と  $C_s$  の関係を Fig. 4-4 に示す. Cr および Nb の添加されていない材料では,  $C_s$  の大きな低下は認められない. 一方, Cr および Nb の添加された材料では, マイルド加工においても  $C_s$  が大きく低下し, シビア加工ではさらに  $C_s$  が低下した. 1.0%Cr 材では 2.0%Cr 材と比較して,  $C_s$  に対する Nb 添加量および加工の影響が顕著に現れることがわかった.

#### 4.3.3 ガス浸炭後の表面組織観察

ガス浸炭後の表面を SEM により観察し, Cr および Nb 添加量や加工条件の鋼表面への影響を調べた. Fig. 4-5 に 1.0%Cr0.05%Nb 材における電解研磨浸炭材とシビア加工浸炭材表面の SEM 観察結果を示す. 電解研磨浸炭材では, 粒径が  $0.3\mu\text{m}$  程度の生成物と鉄合金の基地が認められる. この生成物は XPS による分析の結果から Cr 酸化物であることを確認している. シビア加工浸炭材では Cr 酸化物により全面が覆われており, 鉄合金基地は観察されない. このことから, 切削加工は Cr 酸化物の生成を促進する働きがあることがわかった. Fig. 4-6 に 0.05%Nb を添加した Cr 添加量の異なる試料のシビア加工浸炭材表面の SEM 観察結果を示す. 0%Cr 材では結晶粒界に沿って Si, Mn の酸化物と粒界酸化と思われる直径  $1\mu\text{m}$  以下の組織が観察される. 基地の粒内については不完全焼入れの結果生成したパーライトが確認される. 0.5%Cr 材では 0%Cr 材で観察された  $1\mu\text{m}$  以上の直径の Si, Mn 酸化物はなくなり, 代わって粒径  $0.3\mu\text{m}$  程度の Cr 酸化物の生成が認められた. 1.0%Cr 材および 2.0%Cr 材では, 全面が Cr 酸化皮膜で覆われており, 鉄合金基地は確認されない. また, 1.0%Cr 材と比較して, 2.0%Cr 材では Cr 酸化物の粒径が小さくなっていることが確認される. このことから, Cr 添加量の増加に伴い, Cr 酸化皮膜による被覆率が増加することがわかった. また, 鋼表面を全面 Cr 酸化皮膜で覆うためには, シビア加工した 0.05%Nb 添加材では 1.0%Cr の添加で十分であることがわかった. Fig. 4-7 に 1.0%Cr を添加し Nb 添加量の異なる試料のシビア加工浸炭材表面を SEM により観察した結果を示す. 0%Nb 材では, Cr 酸化物と鉄合金基地が観察される. しかし, 0.05%Nb 材および 0.1%Nb 材では全面が Cr 酸化皮膜により覆われている. このことから, 1.0%Cr が添加された材料において, Nb 添加量の増加に伴い, Cr 酸化物による被覆率が増加することがわかった. Cr 酸化物は炭素を殆ど固溶せず, 炭素は Cr 酸化物中を拡散することができない<sup>2)</sup> ため, 鋼表面を覆う Cr 酸化物が均一にかつ緻密に生成するほど, 鋼内部への炭素の浸入を抑制し, ガス浸炭後の  $C_s$  を低下させていると考えられる. 2.0%Cr 材のように緻密な Cr



酸化皮膜が鋼表面に均一に生成している場合でも Cs が 0.5% と母材 0% よりも 0.3% 程度増加しているのは、Cr 酸化皮膜に存在するポアやクラックが炭素の浸入経路となっている<sup>2)</sup> ためであると考えられる。Fig. 4-8 に 1.0%Cr0.05%Nb 材におけるシビア加工浸炭材の表面および断面組織を SEM により観察した結果を示す。表面組織から、Cr 酸化皮膜に部分的に欠陥（ポア）が存在することが観察される。また断面組織から、鋼表面に生成した Cr 酸化皮膜に欠陥の存在が認められる。このような欠陥がガス浸炭の際の炭素の浸入経路であると考えられる。

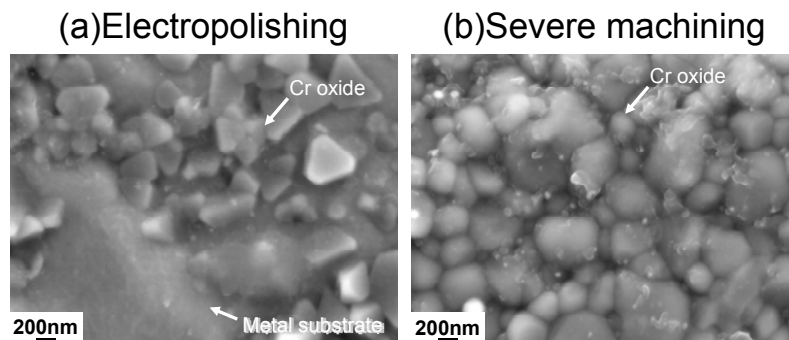


Fig.4-5 SEM images of carburized 1.0%Cr0.05%Nb specimens surface (a)electropolished and (b)severe machined.

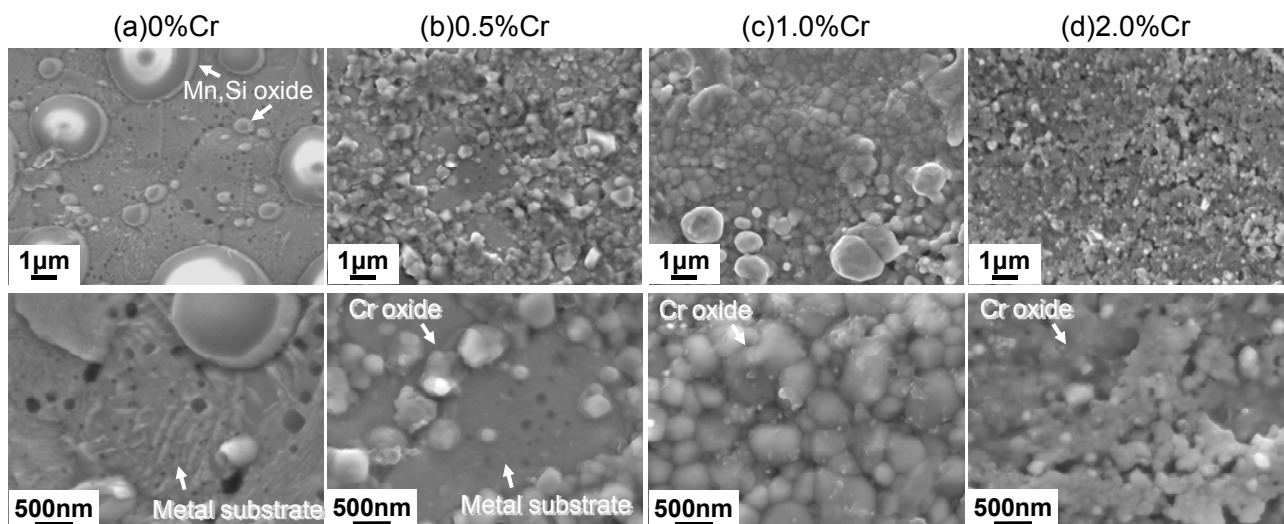


Fig. 4-6 SEM images of severely machined and carburized specimens surface with same Nb (0.05%) and different Cr content.

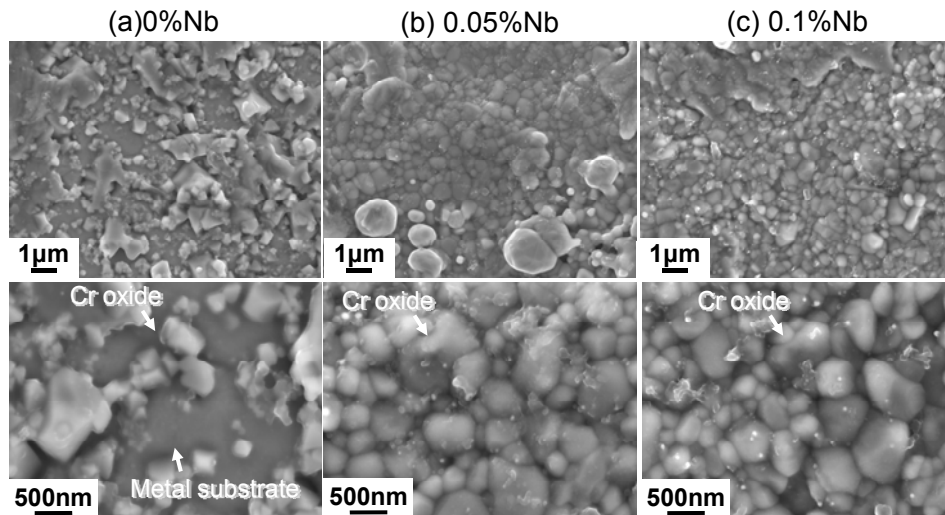


Fig. 4-7 SEM images of severely machined and carburized specimens surface with same Cr (1.0%) and different Nb content.

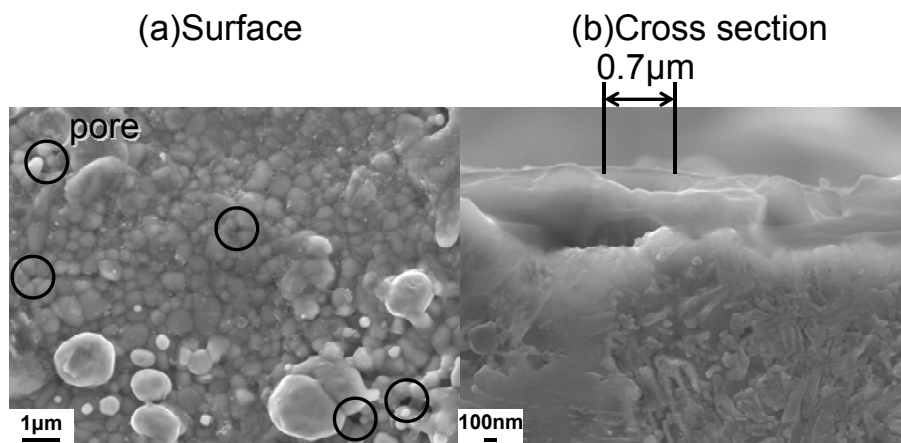


Fig. 4-8 SEM images of carburized 1.0%Cr-0.05%Nb specimen after severe machining.  
(a) surface and (b) cross section.

#### 4.3.4 Cr 酸化皮膜被覆率と表面炭素濃度の関係

試料表面の Cr 酸化皮膜被覆率と  $C_s$  の関係を Fig. 4-9 に示す。表面を覆う Cr 酸化物の面積割合が大きくなると共に、 $C_s$  が低下することがわかる。これは、Cr 酸化物中には炭素は殆ど固溶せず、炭素は Cr 酸化物中を拡散することができない<sup>2)</sup> ためであると考えられる。また、Cr 酸化物被覆率が約 90%を超えると  $C_s$  が大きく低下している。Cr 酸化皮膜被覆率が大きい試料表面では、炭素の浸入経路は Fig. 4-8 で示したようなポアなど Cr 酸化物の微小な欠陥部分のみである。このことから、 $C_s$  を大きく低下させる原因は浸炭初期に鋼表面に生成した Cr 酸化皮膜であると考えられる。試料表面に Cr 酸化

物が存在しない場合は、鋼表面からの炭素の拡散は 1 次元的に進行するが、Cr 酸化皮膜の欠陥部分から浸入した炭素は深さ方向だけでなく表面に平行な方向も含めて 3 次元的に内部へ拡散する（拡散場が大きい）ため、表面のマクロな炭素濃度は大きく低下するものと考えられる。

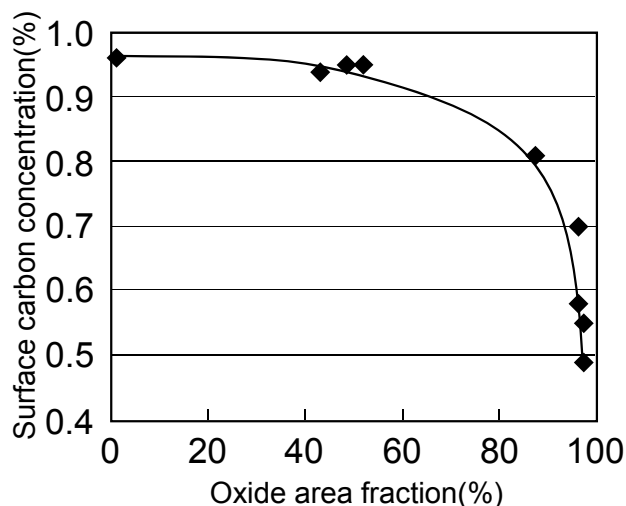


Fig.4-9 Relationship between Cr oxide area fraction and surface carbon concentration.

#### 4.3.5 ガス浸炭後の表面 XPS 分析

XPS を用いて 0.05%Nb を添加し Cr 添加量の異なる試料のシビア加工浸炭材の Cr および Fe をスパッタレート 20nm/min で表面から深さ方向に分析した結果を Fig. 4-10 に示す。0.5%Cr 材では、約 100nm の深さをピークに、また 1.0%Cr 材では約 200nm の深さをピークに Cr が減少しているが、2.0%Cr では 600nm の深さでも減少していないことがわかる。同様に Fe の分析結果から、0%Cr 材では極浅い位置から Fe が検出されている。0.5%Cr 材では約 100nm の深さから、また 1.0%Cr 材では約 200nm 深さから Fe が増加しているが、2.0%Cr 材では 600nm の深さでも Fe は検出されていない。0.5%Cr 材、1.0%Cr 材および 2.0%Cr 材においては、鋼表面に Cr 酸化皮膜が生成しているため、表層で Cr が検出され、Cr 酸化物が減少する位置から Fe が検出されたことに対応している。また、Cr 添加量の増加に伴い、Cr が減少を始める位置および Fe が増加し始める位置が深くなることから、Cr 添加量の増加に伴い、Cr 酸化物の厚さが増加していると考えられる。XPS の結果から、Cr 酸化皮膜の膜厚は 0.5%Cr 材で約 100nm、1.0%Cr 材で約 200nm、2.0%Cr 材で約 600nm 以上と考えられる。

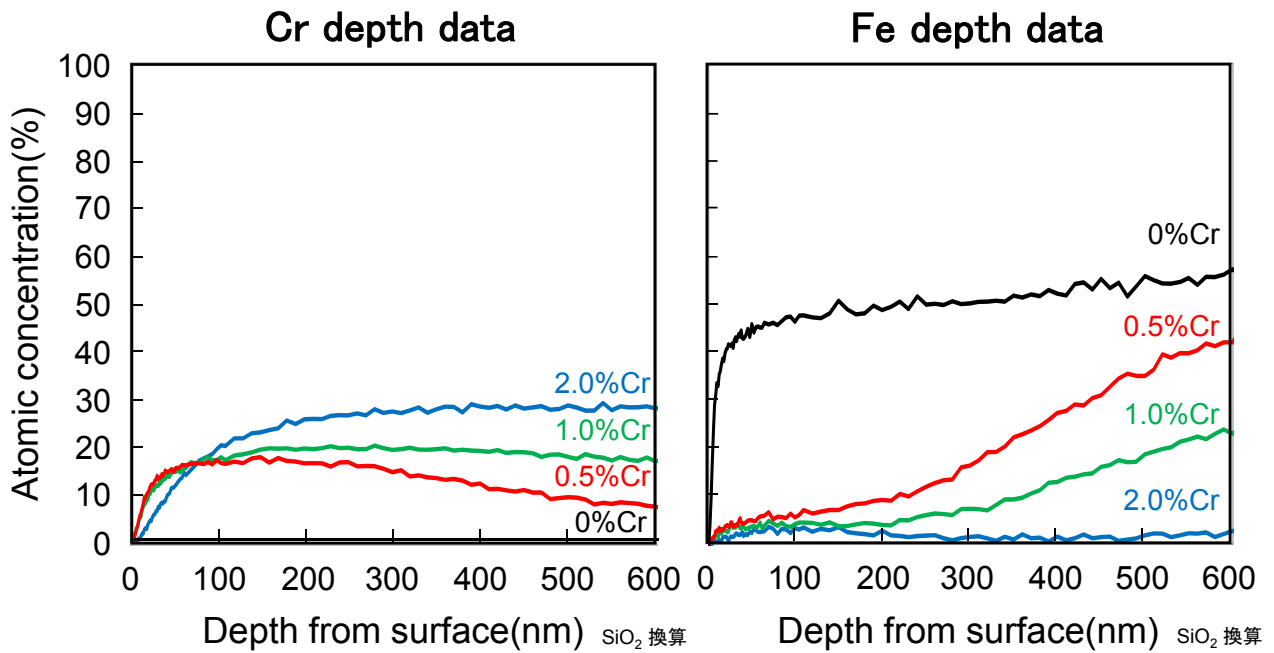


Fig. 4-10 XPS depth profiles of 0.05%Nb contained specimens carburized after severe machining.

Fig. 4-11 に 0.05%Nb を添加し Cr 添加量の異なる試料のシビア加工浸炭材の試料表面から約 200nm 深さまでスパッタリングした後の各試料における Cr に対応する XPS スペクトルを示す. 金属 Cr の電子殻 L-III ( $\text{Cr}2p_{3/2}$ ) スペクトルのピークは 574.4eV である<sup>3)</sup> が, Cr の添加された試料において,  $\text{Cr}2p_{3/2}$  のスペクトルのピークが 577eV と高エネルギー側にシフトしている. Cr が酸化物として存在する場合のピークは 576~580eV であることから, 577eV 付近で検出されたピークから Cr 酸化物が生成していると考えられる. また, Cr 添加量の増加に伴いピーク強度が高くなるのは, Cr 添加量の増加に伴い厚く緻密な Cr 酸化物が析出するためであると考えられる.

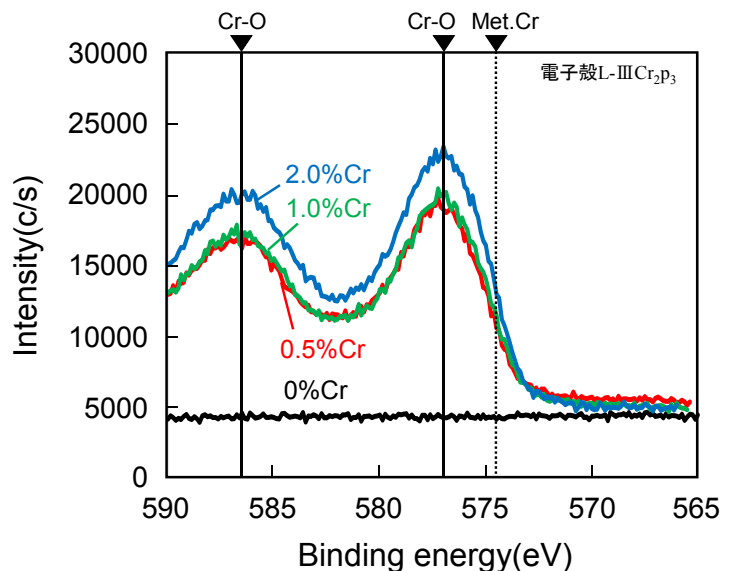


Fig.4-11 XPS spectrum around Cr peaks after 10min sputtering (corresponds to 200nm in depth) of severely machined 1.0%Cr-0.05%Nb sample.

#### 4.3.6 ガス浸炭前後の断面組織

1.0%Cr0.05Nb 材におけるマイルド加工後およびシビア加工後の断面組織を SEM により観察した結果を Fig. 4-12 に示す。マイルド加工材、シビア加工材共に表層は加工流動層が認められる。マイルド加工材においては、表層から約  $3\mu\text{m}$  深さまで、シビア加工材では約  $4\mu\text{m}$  深さまで加工変質層と考えられる組織が存在し、加工条件がシビアである程、より深い位置まで加工の影響があることがわかる。また、シビア加工材の表層組織の方が層状組織が密であることから、加工負荷が大きいことが推測される。加工により得られたこれらの組織には格子欠陥が多く存在し、ガス浸炭初期に Cr 酸化物が生成する際に、Cr の拡散を促進するためのパスとなり得ると考えられる。

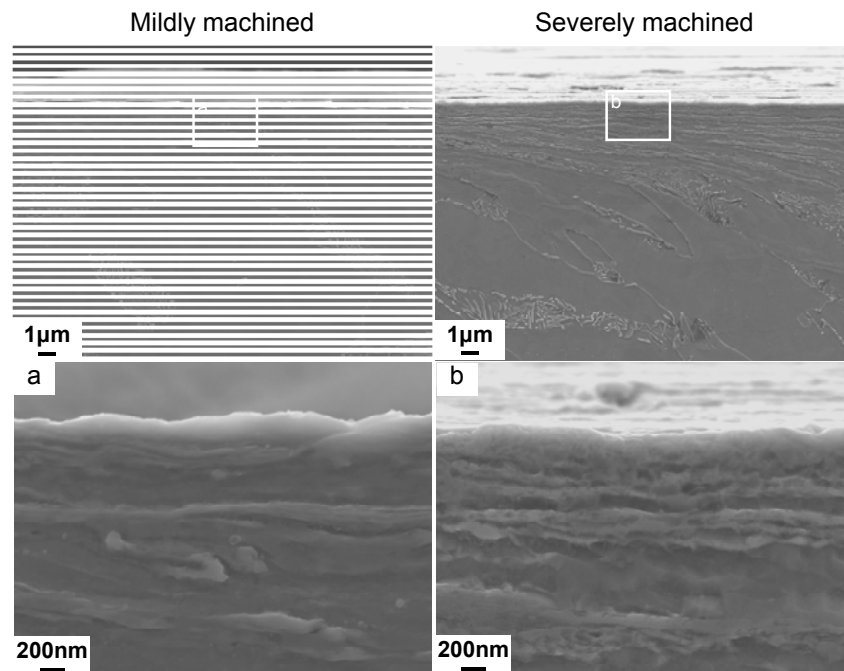


Fig.4-12 SEM images of specimens surface of 1.0%Cr-0.05Nb sample after mild machining and severe machining.

Fig. 4-13 に 0.05%Nb を添加した Cr 添加量の異なる試料のシビア加工浸炭材断面の SEM 観察結果を示す。0%Cr 材では、内部から最表面まで不完全焼入れの結果生成したパーライト組織が観察される。0.5%Cr 材では、部分的に表層に約 120nm の厚さの Cr 酸化層が生成しており、その内部にはパーライト組織が観察される。1.0%Cr 材では、約 250nm の厚さの Cr 酸化皮膜により全面を覆われている。また、2.0%Cr 材では、約 600nm の厚さの Cr 酸化皮膜により全面を覆われていることがわかる。このことは Fig. 4-10 に示した XPS の測定結果から推測した Cr 酸化皮膜の膜厚とほぼ一致する。以上より、Cr 添加量の増加に伴い Cr 酸化皮膜厚さが増加することがわかった。Cs の値を比較すると、0%Cr 材、0.5%Cr 材、1.0%

Cr 材, 2.0%Cr 材でそれぞれ 0.96%, 0.81%, 0.58%, 0.55%であり, Cr 添加量の増加に伴い Cs が低下する傾向であることがわかる. また, 1.0%Cr 材と 2.0%Cr 材の Cs に大きな差が認められないことから, Cr 酸化皮膜の厚さは Cs には殆ど影響せず, Cr 酸化皮膜の被覆率が Cs に大きく影響する.

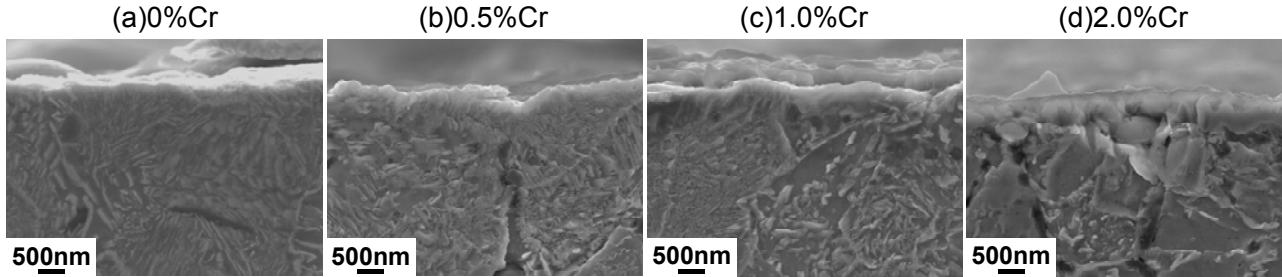


Fig.4-13 Cross section SEM images of severely machined and carburized specimens with same Nb (0.05%) and different Cr content.

#### 4.3.7 表面炭素濃度低下のメカニズム

これまでの結果から, 強切削加工された Nb 添加鋼にガス浸炭を施した際に Cs が大きく低下するメカニズムを考察する. まず, 材料に含まれる Nb の存在状態について考察する. 本研究で用いた材料は 1300°C で Nb (C, N) を溶体化処理した後, 900°C で焼準処理を施しており, 溶体化後にはほぼ全量固溶し, 焼準および浸炭の際に全量 Nb (C, N) として析出していると考えられる<sup>4)</sup>. ここで, 本研究で行ったガス浸炭時の炉内酸素分圧を Okumiya らが用いた下記 (3), (4) 式<sup>5)</sup> から算出する.

$$P_{O_2} = \left( \frac{As \cdot (P_{CO} / 101325)}{CP \cdot \exp\left(\frac{111713 + 87.6548T}{8.3144T}\right)} \right)^2 \times 101325 \quad \dots (3)$$

$$As = 0.233 - 5.696 \times 10^{-4}(T - 273) + 1.883 \times 10^{-5}(T - 273) \quad \dots (4)$$

ここで,

$P_{O_2}$  : 炉内  $O_2$  分圧 (Pa)

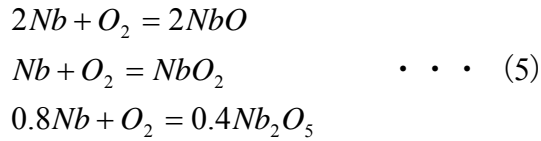
$P_{CO}$  : 炉内 CO 分圧 (Pa)

$As$  : 処理温度におけるオーステナイト中の飽和炭素濃度 (mass%)

$CP$  : 炉内雰囲気中のカーボンポテンシャル (mass%)

$T$  : 浸炭温度 (K)

本研究でのガス浸炭条件から、 $P_{CO}=20.3\text{kPa}$  (20vol%), 浸炭初期の  $CP=1.1\%$  を用いて  $O_2$  分圧を計算すると、 $1.86 \times 10^{-13}\text{Pa}$  となる。仮に Nb が浸炭前に固溶していた場合、炉内雰囲気で (5) 式で示す Nb の酸化反応が起こるかを検討した。



この反応における標準生成自由エネルギーは (6) 式<sup>6)</sup> により求まる。

$$\begin{aligned} \Delta G^0_{NbO} &= -99500 + 20.7T \quad [cal/mol] \\ \Delta G^0_{NbO_2} &= -184500 + 38.7T \quad [cal/mol] \quad \cdot \cdot \cdot (6) \\ \Delta G^0_{Nb_2O_5} &= -440200 + 94.1T \quad [cal/mol] \end{aligned}$$

(5) 式における平衡  $O_2$  分圧を (6), (7) 式から求める。

$$\Delta G^0 = RT \ln P_{O_2} \quad \cdot \cdot \cdot (7)$$

ここで、

$P_{O_2}$  : 平衡  $O_2$  分圧 (atm)

$R$  : 気体定数 ( $J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$ )

$T$  : 絶対温度 (K)

これより、(5) 式に示す酸化反応における平衡  $O_2$  分圧はそれぞれ NbO:  $3.096 \times 10^{-22}\text{Pa}$ ,  $NbO_2$ :  $3.1047 \times 10^{-20}\text{Pa}$ ,  $Nb_2O_5$ :  $5.693 \times 10^{-19}\text{Pa}$  となり、ガス浸炭雰囲気中では Nb は酸化し得ることがわかる。以上より、ガス浸炭中における鋼材中の Nb の存在状態は Nb (C, N)、もしくは浸炭前に Nb 単体で存在した場合は、Nb 酸化物であると考えられる。Fig. 4-14 に 1.0%Cr0%Nb 材と 1.0%Cr0.1%Nb 材におけるシビア加工浸炭材表面を SEM により観察した結果を示す。0.1%Nb 材表面で 40~80nm 程度の白い粒子が認められる。これは 0%Nb 材では見られないことから、これらの白い粒子は Nb (C, N) もしくは Nb 酸化物であると考えられる。

以上より、 $C_s$  を大きく低下させる Cr 酸化皮膜の生成メカニズムを考察する。Fig. 4-15 に概略を示す。切削加工後の表層組織は加工変質層となっており、加工条件がシビアである程格子欠陥を多く含む組織になると考えられる。Nb 添加材では、Nb (C, N) がピンニング粒子として働き、切削加工組織の回復・再結晶を抑制する<sup>7)</sup> ため、切削加工で導入された格子欠陥は鋼表面に Cr が拡散する際の拡散パス

となり、Cr 酸化物の生成を促進していると考えられる。ステンレス鋼や耐熱鋼では、耐食性や耐酸化性の向上を目的として鋼表面に均一で緻密な Cr 酸化膜を形成するために、Cr の拡散パスを導入する方法として結晶粒微細化や冷間加工を施す方法が報告されている<sup>8-11)</sup>。また Nb の添加は、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$  と NbC、NbO は結晶構造が近い<sup>12-13)</sup> ため、Cr 酸化物が生成する際の核生成サイトとなることで Cr 酸化物の生成を促進する可能性が考えられる。これは、Fig. 4-3 (a) に示したように、電解研磨浸炭材において、Cr を 2.0% 添加した材料で Nb 添加量の増加に伴って Cs が僅かに低下していることから核生成サイトとして働く可能性はあると考えられる。このことから、マイルド加工材では、シビア加工材と比較して Cr の拡散パスが少ないため、Fig. 4-3 (b) に示すように Cr 添加量が 2.0% まで添加量の増加とともに Cs が低下したが、シビア加工材では拡散パスが多く、Cr 添加量が 1.0% で鋼表面全体を覆うことができるため、Cr 添加量が 2.0% まで増加しても Cs が殆ど変化しなかったと考えられる。一方、Nb 無添加材では Nb(C, N) によるピンニング効果はなく、切削加工後に生成した加工変質層はガス浸炭初期の昇温中に回復・再結晶し格子欠陥は減少する。Cr 添加鋼ではガス浸炭中に不可避免的に Cr 酸化物が生成するが、Nb 添加鋼で生成するような緻密な酸化皮膜ではなく、Cr 酸化物が生成していない部分の鉄の基地から炭素が浸入拡散するため、通常通り浸炭される。そのため、Nb 無添加材では加工条件がシビアであっても、緻密な Cr 酸化物が生成しないため Cs は大きく低下しない。

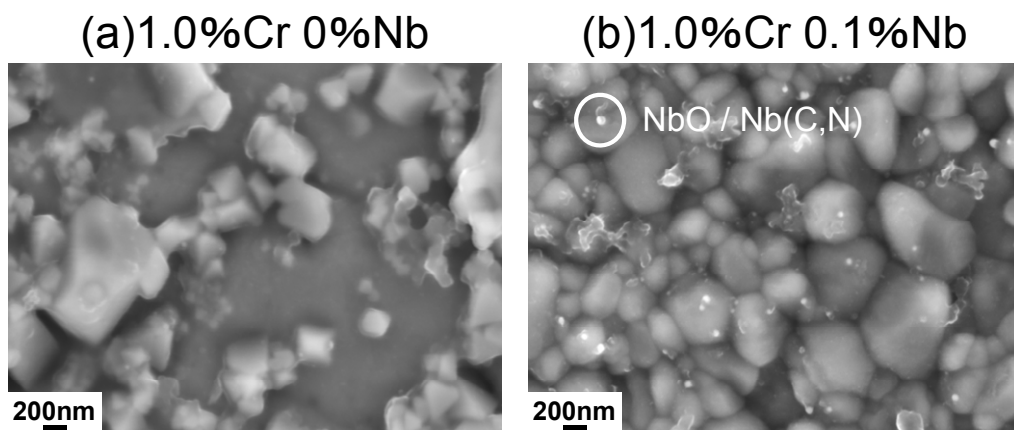
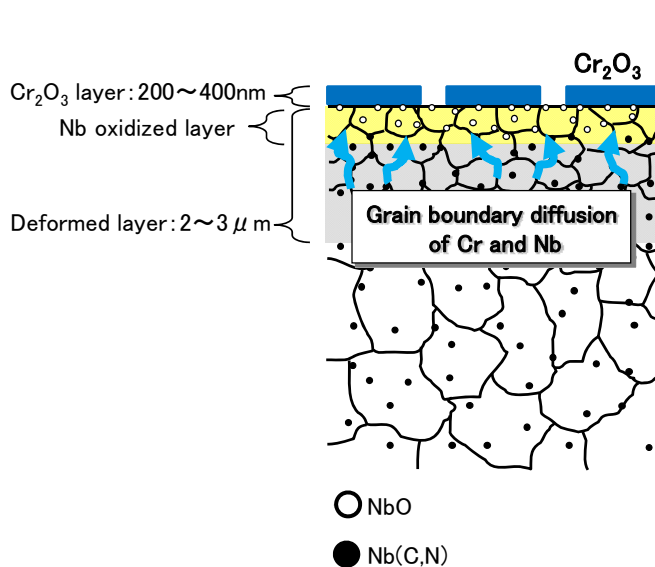


Fig. 4-14 Surface SEM images of severely machined and carburized specimens

(a) 1.0%-Cr0%Nb and (b) 1.0%-Cr0.1%Nb.





#### 【Effect of deformation】

Deformed surface layer is produced.

#### 【Effect of Nb addition】

- Retardation of recovery and recrystallization by the pinning effect of Nb(C,N).
- NbO produced from Nb(C,N) may work as nucleation sites of Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

#### 【Effect of Cr】

Diffuse to specimen surface through lattice defects such as grain boundaries.

From Cr oxide layer on the specimen surface and inhibit carbon atoms diffuse into matrix.

Fig.4-15 Illustration of Cr oxide formation mechanism with the effect of deformation and Nb and Cr addition.

## 4.4 結言

本章では Cr および Nb 添加量を変えた材料を用いて、Cr、Nb 添加およびガス浸炭前の切削加工が、ガス浸炭後の表面炭素濃度（Cs）低下に与える影響を検討し、Cs が低下する原因を考察した。以下に、得られた結果を示す。

1. Cr、Nb のいずれか添加されていない材料では、ガス浸炭前の加工に依らず Cs の大きな低下は認められなかった。
2. Nb および Cr が添加された材料において、マイルド加工浸炭材では Cr 添加量の増加とともに Cs が大きく低下した。シビア加工浸炭材では、Cr 添加量が 1.0% までは Cs が大きく低下し、その後 Cr 添加量が 2.0% まで増加しても Cs は殆ど変化しなかった。また、マイルド加工浸炭材、シビア加工浸炭材いずれにおいても、0.05%Nb 材では 0%Nb 材と比較して大きく Cs が低下し、その後 Nb 添加量が 0.1% まで増加すると僅かに Cs が低下した。
3. 電解研磨浸炭材において、Nb が添加された 2.0%Cr 材で、0%Nb 材と比較して Cs が僅かに低下した。
4. Cr が添加された材料では、ガス浸炭後鋼表面に Cr 酸化物が生成しており、Cr および Nb 添加量が増加する程、また加工条件がシビアである程、均一で緻密な Cr 酸化皮膜が生成した。鋼表面に生成した Cr 酸化皮膜被覆率が大きくなると共に Cs が低下することから、Cr 酸化皮膜が炭素の浸入を抑制し

ていることがわかった.

5. Cr 添加量が増加すると共に Cr 酸化皮膜が厚くなるが, Cs に対して Cr 酸化皮膜の厚さは殆ど影響しないことがわかった.

#### Caption List (Figure)

Fig.4 - 1 Schematic illustration of specimen shape.

Fig.4 - 2 Gas-carburizing process.

Fig.4 - 3 Relationship between Cr,Nb concentration and surface carbon concentration.

Fig.4 - 4 Relationship between cutting power(P) and surface carbon concentration(Cs).

Fig.4 - 5 SEM images of carburized 1.0%Cr-0.05%Nb specimens surface (a)electropolished and (b)severely machined.

Fig.4 - 6 SEM images of severely machined and carburized specimens surface with same Nb (0.05%) and different Cr content.

Fig.4 - 7 SEM images of severely machined and carburized specimens surface with same Cr(1.0%) and different Nb content.

Fig.4 - 8 SEM images of carburized 1.0%Cr-0.05%Nb specimen after severe machining. (a)surface and (b)cross section.

Fig.4 - 9 Relationship between Cr oxide area fraction and surface carbon concentration.

Fig.4 - 10 XPS depth profiles of 0.05%Nb contained specimens carburized after severe machining.

Fig.4 - 11 XPS spectrum around Cr peaks after 10min spattering (corresponds to 200nm in depth) of severely machined 1.0%Cr-0.05%Nb sample.

Fig.4 - 12 SEM images of specimens surface of 1.0%Cr-0.05%Nb sample after mild machining and severe machining.

Fig.4 - 13 Cross section SEM images of severely machined and carburized specimens with same Nb (0.05%) and different Cr content.

Fig.4 - 14 Surface SEM images of severely machined and carburized specimens (a)1.0%-Cr0%Nb and (b)1.0%-Cr0.1%Nb.

Fig.4 - 15 Illustration of Cr oxide formation mechanism with the effect of deformation and Nb and Cr addition.

#### Caption List (Table)

Table 4 - 1 Chemical composition of materials (mass%)

## 【Reference】

- 1) Mitsubishi Materials Corporation Technical  
data: <http://www.mitsubishicarbide.com/mmc/jp/formula.html>, 2012
- 2) I. Wolf, H. J. Grabke: Solid State Communications, Vol. 54 (1985), No. 5, 5
- 3) Jill Chastain, Roger C. King, Jr : Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy,  
ULVAC-PHI, (1995)
- 4) T. Murakami, H. Hatano and H. Yaguchi: Kobe Steel Eng. Rep. , 56 (2006) , 59
- 5) M. Okumiya, Y. Tsunekawa, S. Ichinose, K. Kurahashi, J. Takebe and A. Maeda: Netsu  
Shori, 42 (2002) , 269
- 6) T. Hiraoka, N. Sano and Y. Matsushita: Tetsu-to-Hagané, 6 (1969) , 470
- 7) Y. Maehara, T. Kunitake and N. Fujino: Tetsu-to-Hagané, 2 (1981) , 362
- 8) K. Yoshikawa, H. Teranishi, K. Tokimasa, H. Fujikawa, M. Miura and K. Kubota:  
J. Mat. Eng. , 10 (1988) , 69
- 9) T. Kariya, N. Tsuji: Sanyo Technical Report, 9 (2002) , 43
- 10) M. Kowaka, S. Nagata: J. Jpn. Inst. Met. , 36 (1972) , 486
- 11) H. J. Grabke, E. M. Müller-Lorenz, S. Strauss, E. Pippel and J. Woltersdorf: Oxid. Met. , 50 (1998) , 241
- 12) Crystallography Open Database: <http://www.crystallography.net/search.html>, 2013
- 13) Ali R. Massih, Rosa Jerlerud Pérez: Quantum Technologies AB 10th April 2006

## 第5章 総括

近年、自動車は従来のガソリン車からディーゼルエンジンの有効活用やガソリン、ディーゼルとモータを併用したハイブリッド車が増加するなど、エネルギー効率や燃費の向上が図られている。ガソリン車においても使われ方は厳しくなっており、さらにディーゼルやモータの活用により自動車部品への強度要求は年々高まっている。その一方で、自動車部品には常に製造コスト低減や品質の安定化が求められている。製造コストを低減するためには、冷間鍛造によるニアネットシェイプ化や、その後の高負荷切削加工、また高温浸炭によるサイクルタイム短縮などが図られる。冷間鍛造部品への浸炭や高温浸炭では旧オーステナイト結晶粒の粗大化による強度低下が起こる可能性があるため、Nb、Ti、Al 等のマイクロアロイを微量添加することで旧オーステナイト結晶粒の粗大化を防止している。しかし、このようなマイクロアロイを添加した材料に対して、高負荷切削を行うことによるガス浸炭への影響については知見がないのが実情である。そこで、本研究ではガス浸炭で一般的に用いられる JIS SCM420 鋼（Nb 無添加鋼）に Nb を 0.06%微量添加した材料（以下、Nb 添加鋼）を用い、Nb 添加や切削加工条件が、その後のガス浸炭挙動におよぼす影響について検討した。以下に本研究の結果を要約して述べる。

まず、Nb 無添加鋼および Nb 添加鋼に、加工負荷の高いシビア加工条件、および加工負荷の小さいマイルド加工条件で切削加工を行った後ガス浸炭を施した。また、Nb 添加が炭素活量に与える影響を熱力学的に考察した。その結果、以下のことを明らかにした。

- ① Nb 無添加鋼では、浸炭材の表面炭素濃度（以下、 $C_s$ ）は切削加工における加工負荷が高くなるとわずかに低下するが、Nb 添加鋼では  $C_s$  は加工条件に極めて敏感で、加工がシビアになる程  $C_s$  は大きく低下する。
- ② Nb 添加の  $C_s$  低下への影響は極めて大きく、Nb の炭素活量への影響としては説明できない。

次に、Nb 添加鋼および Nb 無添加鋼において、切削加工前の素材組織（フェライト+パーライト、フェライト+ベイナイト、マルテンサイトの三種類）を変えた試験片を種々の加工条件で加工した後ガス浸炭を施し、ガス浸炭後の表面炭素濃度におよぼす切削加工条件の影響を検討した。その結果得た知見を以下に示す。

③ 切削加工前の試験片表面を電解研磨により  $40\mu\text{m}$  程度研磨し、理想的な無加工状態とした試験片にガス浸炭を施すと、フェライト+パーライト組織→フェライト+ベイナイト組織→マルテンサイト組織の順に、ガス浸炭後の表面炭素濃度が低下した。

④ 通常の操業における浸炭前の組織であるフェライト+パーライト組織の試験片について、切削動力と表面炭素濃度の関係について次式を得た。

$$C_s(\%) = 0.5 - 0.1 \log P(\text{kW}) \quad \dots (1)$$

切削動力  $P$  と比切削抵抗  $K_c$  は以下の式から算出する。

$$P = (CD \cdot CS \cdot FR \cdot K_c) / (1000\eta) \quad \dots (2)$$

$$K_c = 4400FR^2 - 5300FR + 4100 \quad \dots (3)$$

ここで、 $P$ ：切削動力 (kW)， $CD$ ：切込み量 (mm)， $CS$ ：周速 (m/s)， $FR$ ：送り速度 (mm/rev)， $K_c$ ：比切削抵抗 (MPa)， $\eta$ ：機械効率係数（本研究では  $\eta = 0.8$  として計算）である。

⑤ シビア加工した Nb 添加鋼の加工層を研磨により除去することにより、表面炭素濃度を回復させることが可能である。

⑥ シビア加工した Nb 添加鋼に大気中で酸化処理を施すことによって、ガス浸炭後の表面炭素濃度が回復する。400℃以下では試料表面に部分的に表面炭素濃度の回復が認められ、600℃で酸化することとで試料表面の炭素濃度が均一に回復する。

次に、Cr および Nb 添加量を変えた材料を作製して、Cr、Nb および切削加工が  $C_s$  に及ぼす影響と、 $C_s$  の異常低下の原因およびメカニズムについて検討した。その結果得た知見を示す。

⑦ Cr、Nb 添加量が増加する程、また加工がシビアである程 Cr 酸化皮膜被覆率が増加する。しかし、Cr、Nb のどちらか一方のみが添加された材料では、ガス浸炭前の加工に依らず  $C_s$  の大きな低下は認められなかった。

⑧  $C_s$  が大きく低下したガス浸炭後の試料表面は Cr 酸化皮膜で覆われていた。Cr 酸化皮膜被覆率の増大と共に  $C_s$  が低下することから、Cr 酸化皮膜が  $C_s$  を低下する原因である。

⑨ Cr 添加量の増加と共に Cr 酸化皮膜が厚くなるが、Cr 酸化皮膜被覆率が飽和すると  $C_s$  に対して Cr 酸化皮膜の厚さは殆ど影響しない。

以上, 本研究では, Nb を微量添加した材料に対する切削加工の影響を明らかにすることを目的とした.

この研究結果は, 今後のガス浸炭における製造コスト低減, 品質の安定化, また技術の発展への貢献が期待できる.

## 謝辞

本論文の作成にあたり、終始御懇篤なるご指導を賜りました、豊橋技術科学大学の梅本実教授に厚く御礼申し上げます。また、本論文をまとめるにあたり多大な御教示と御助言を賜りました、豊橋技術科学大学の戸田裕之教授、伊崎昌伸教授に感謝の意を表させていただきます。さらに研究を遂行するにあたってご協力を頂きました戸高義一准教授に御礼申し上げます。

また、本研究を遂行するにあたりご支援頂きました、アイシン・エイ・ダブリュ 取締役 早瀬正宏氏、生産技術本部副本部長 大林巧治氏、熱処理生技部長 信耕望氏、熱処理生技部 水野孝樹氏に御礼申し上げます。

最後に実験にご協力頂きました豊橋技術科学大学 梅本研究室 佐々木和也氏、吉田匡克氏、ならびに研究室の皆様には感謝致します。