

# 高温減圧浸炭用鋼の組織制御に対する新たな知見

New Insight into Controlling Microstructure of Steels for High-Temperature Low-Pressure Carburizing

栗田 俊\*1 美谷 章生\*2 常陰 典正\*3

KURITA Shun, MITANI Akio, TSUNEKAGE Norimasa

Synopsis: High-temperature low-pressure carburizing has attracted attention because it reduces CO<sub>2</sub> emissions in the carburizing process compared to gas carburizing. One of the challenges of high-temperature low-pressure carburizing is that it causes grain coarsening at the surface layers of parts. In this study, we investigated the effect of Cr, a key element of steel, on the suppression of grain coarsening in high-temperature low-pressure carburizing. As a result, it was clarified that grain boundary migration was restrained by grain boundary carbides precipitated as a second phase during the carburizing period beneath the surface of high Cr-added steel, thereby suppressing grain coarsening.

Keywords: suppression of grain coarsening at the surface ; high Cr added steel ; grain boundary carbides ; low pressure carburizing

# 1. 緒言

昨今、地球環境保護の観点からカーボンニュートラル実 現に向けた動きが世界中で加速している。特殊鋼が広く使 用される自動車・産業機械業界においては、部品製造プロ セスのうち熱処理工程で排出されるCO2の占める割合が多 く<sup>1~3)</sup>、エコプロセスへのシフトが検討されている。例え ば、ギヤ・シャフトなどの駆動系部品では耐摩耗性や疲労 強度向上を目的とした表面硬化処理として、浸炭処理とそ れに続く焼入れ・焼戻しが施されるが、浸炭処理において 現在主流であるガス浸炭に対し、CO2排出量低減の観点か ら減圧(真空)浸炭(LPC: Low-Pressure Carburizing)が注

# 目されている。

これらガス浸炭と減圧浸炭の特徴をFig. 1<sup>4~7)</sup> に示す。 ガス浸炭ではプロパン(C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>)、ブタン(C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>)などの炭化 水素ガスと空気とを高温で反応させたキャリアガス中の COからブードア反応によって鋼中に炭素(C)が供給され る。ブードア反応は大気圧における平衡反応であり、浸炭 あるいは脱炭反応が進行する。一方で、減圧浸炭はアセチ レン(C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)などの炭化水素ガスを低圧で導入し、鋼材表 面からCを侵入させる浸炭期、および浸炭期で侵入させた Cを鋼材内部へ拡散させる拡散期の2段階で構成される浸 炭処理である。浸炭期の挙動は、炭化水素ガスの直接分解 により生成したグラファイト(黒鉛)と鋼材表面が局所平衡





\*1 研究・開発センター 新商品開発室 商品開発1グループ

\*2 研究・開発センター(新商品開発室)商品開発1グループ長

<sup>\*3</sup> 自動車·産機営業部 自産機CS室長 博士(工学)

Table 1	Challenges and	conventional	solutions of	of hiah	n-temperature	low-pressure	carburizing	8~14)
	Chancinges and		301010113 0	JIIIGI			CUIDUILING	

課題	原因	従来の解決策		
粒界炭化物の	, 主席の宮C化に伴う過剰浸炭	・鋼材の高Si-低Cr化		
析出と残存	- 衣眉の向ししに件 ノ 通利 反 灰	・パルス浸炭の適用		
	・表層の高C化に伴う溶解度上昇によるNb炭化物			
主席付近にたけて	量の減少	高温減圧浸炭において、鋼材の主要		
衣眉门辺にわける	・Nb炭窒化物の粗大化と析出粒子数の減少	合金元素による結晶粒粗大化抑制の		
简丽松祖人16	・雰囲気N <sub>2</sub> 分圧が低く、平衡固溶N量が低いこと	検討はされていない		
	によるA   窒化物の減少			

状態であると考えられており<sup>5)</sup>、反応中に温室効果ガスで あるCO₂を排出しない。また、減圧浸炭は1000℃以上で の高温処理が可能で、950℃程度が上限とされているガ ス浸炭よりも、溶質元素の拡散速度が速い状態で効率的に 浸炭できる。このように、減圧浸炭は温室効果ガスの排出 量が少なく、浸炭温度の高温化により短時間処理が可能で あることから、カーボンニュートラルへの適応や工程の簡 素化が期待される熱処理である。

一方、減圧浸炭を適用するにあたっては、粒界炭化物<sup>8)</sup> と表層付近における結晶粒粗大化<sup>9~12)</sup>の課題がある。減 圧浸炭の反応機構上、鋼材表面のC濃度が高くなりやす く、鋼種や処理温度等の条件次第で、C濃度が固溶限を超 えることで粒界炭化物が形成する。また、結晶粒粗大化の 抑制方法として、合金元素であるNb、Alを添加し、ピン ニング粒子を形成して結晶粒界の移動を抑制する方法が一 般的であるが、減圧浸炭雰囲気では鋼材表層における高C 化によりNb炭窒化物の粒子数が減少することが報告<sup>9~11)</sup> されている。さらに、減圧浸炭雰囲気では雰囲気N<sub>2</sub>分圧 が低く、すなわち平衡固溶N量が低いため、Al窒化物の粒 子数が減少することが報告<sup>12)</sup> されている。つまり減圧浸 炭雰囲気ではピンニング粒子数が減少しピンニング力が低 下することで、鋼材表層付近における結晶粒粗大化が発生 しやすいことが分かっている。

これらの課題に対する従来の解決策<sup>8~14)</sup>をTable 1に示 す。鋼材成分や熱処理方法により、粒界炭化物を抑制し た検討について報告<sup>8,13,14)</sup>がある。一方、これまで表層付 近における結晶粒粗大化抑制の検討に関して、ピンニング 粒子に着目した報告<sup>9~12)</sup>はあるが、主要合金元素(例えば Cr)に着目して結晶粒粗大化抑制を検討した報告はみられ ない。

そこで本研究では、高温減圧浸炭において結晶粒粗大化

を抑制できる鋼材について検討を行うため、Cr添加量に 着目して減圧浸炭における特性評価を実施した。

#### 2. 実験方法

#### 2.1 供試材の化学成分

本実験の供試材としてTable 2に示すSteel A、Steel B およびSCM420を用いた。すなわち、SCM420をベース として炭化物形成元素であるCrの添加量を調整し、Steel Aは高Cr組成、Steel Bは低Cr組成とした。なお、Steel A、Bはピンニング粒子形成元素であるNbを同量添加し た。

Table 2 Chemical composition of the steels (unit : mass%).

	С	Cr	AI	Nb	N
Steel A	0.20	1.8	0.030	Added	0.015
Steel B	0.20	0.7	0.030	Added	0.015
SCM420	0.20	1.1	0.030	_	0.015

#### 2.2 試験片作製方法

各鋼種を100kg真空誘導溶解炉にて溶製し、1250℃で 14.4ks保持した後、φ32mmに鍛伸して供試材とした。 その後、焼ならし(925℃、3.6ks保持)を行った後、鋼材 の中周部から減圧浸炭評価用試験片(Fig. 2)を作製した。 この時、試験片の長手方向が鋼材の鍛伸方向と一致するよ うにした。



Fig. 2 Dimension of specimen for low-pressure carburizing evaluation.



Fig. 3 Heat pattern of low-pressure carburizing at 1000℃.

#### 2.3 減圧浸炭処理条件

減圧浸炭評価用試験片に対してFig. 3に示す熱処理パ ターンに従い、試験片平面部の表面C濃度が0.8 mass% となる減圧浸炭処理を行った。減圧浸炭は(株)IHI機械 システム製減圧浸炭炉を用い、浸炭ガスとしてアセチレン を用いた。浸炭期ではアセチレンガスを2ℓ/min供給した アセチレン雰囲気中で保持し、拡散期では真空排気のみを 行って真空中で保持した。引き続き、880℃保持後に油 冷する焼入れ処理を実施した後、180℃で低温焼戻し処 理(90min)を実施した。

#### 2.4 試験片の組織観察

減圧浸炭処理後の試験片の組織観察は試験片長手方向 に対して垂直な切断面にて実施した。切断面を鏡面研磨 後、ナイタール腐食し、光学顕微鏡およびSEM(日本電子 (株)製JCM-7000)にてミクロ組織を観察した。また、 同切断面において、ピクリン酸飽和水溶液と界面活性剤の 混合液中に50~80℃で浸漬して旧オーステナイト(γ)粒 界を現出させ、切断法により平均旧γ粒径を測定した。

## 3. 実験結果

#### 3.1 1000°C減圧浸炭焼入れ、焼戻し後のミクロ組織観察

Fig. 4に表層付近における1000℃減圧浸炭焼入れ、焼 戻し後のミクロ組織を示す。ミクロ組織は表層部、内部 (試料中心部)ともにマルテンサイトが主体であり、一部残 留γを含んだ組織であった。Fig. 5に表層付近における 1000℃減圧浸炭焼入れ、焼戻し後のSEM観察結果を示 す。いずれの鋼種も鋼材表層に粒界炭化物は認められず、 ミクロ組織に異常は認められなかった。

#### 3.2 1000°C減圧浸炭焼入れ、焼戻し後の旧γ粒観察

Fig. 6に1000℃減圧浸炭後の旧 γ 粒の観察結果を示 す。高Cr組成であるSteel Aでは表層部、内部ともに細粒 となっていた。一方、Steel B、SCM420では表層部のみ で約200 μ m径の粗大粒が観察された。以上から、高Cr組 成であることが表層部における結晶粒粗大化抑制に寄与す ることが示唆された。



Fig. 4 Optical microstructures after low-pressure carburizing at 1000℃.



Fig. 5 Scanning electron micrographs after low-pressure carburizing at 1000℃.



Fig. 6 Prior austenite grain after low-pressure carburizing at 1000°C.

# 4. 考察

# 4.1 結晶粒粗大化が発生する工程

結晶粒粗大化が発生する工程の特定、およびSteel A の結晶粒粗大化抑制メカニズムを検討するため、高Cr



(a) Quenched after soaking (b) Quenched after carburizing Fig. 7 Heat pattern of (a) quenched after soaking, (b) quenched

# after carburizing.

組成であるSteel Aと低Cr組成であるSteel Bを用いて、 1000℃減圧浸炭における均熱期および浸炭期直後に油冷 し(Fig. 7)、旧y粒径およびミクロ組織観察を実施した。

1000℃減圧浸炭の均熱期、浸炭期直後における表層の 光学顕微鏡観察結果をFig.8に示す。均熱期直後に油冷し た試験片ではSteel A、Bいずれも結晶粒粗大化が認められ なかった。これはAl窒化物、Nb炭窒化物によるピンニン グ効果によるものと考察する。一方、浸炭期直後に油冷し た試験片ではSteel Bにおいてのみ結晶粒粗大化が認め られた。このことから、浸炭期において結晶粒粗大化が生 じていることが分かった。また、Steel A、Bは共にピンニ ング粒子形成元素であるAl、Nbを添加しているが、Steel Bの表層で結晶粒の粗大化が認められたことから、従来知



Fig. 8 Prior austenite grain of (a) quenched after soaking and (b) quenched after carburizing.



Fig. 9 Scanning electron micrographs of specimens quenched after carburizing.

見<sup>9.12)</sup>と同様、減圧浸炭雰囲気における鋼材表層での高C 化や平衡固溶N量の低下によるNb炭窒化物、Al窒化物の固 溶により結晶粒粗大化が生じたと考える。

## 4.2 高Cr組成による結晶粒粗大化抑制メカニズムの推定

結晶粒粗大化が生じた浸炭期におけるミクロ組織の特 徴を明らかにするため、浸炭期直後に油冷した試験片の SEM観察を実施した(Fig. 9)。なお、観察はSteel Bで粗 大粒が認められた鋼材表層および表層から200µm位置で 実施した。高Cr組成であるSteel Aは表層から200µm程 度まで粒界炭化物が析出していた。一方、低Cr組成であ るSteel Bは浸炭期において最表層にのみ炭化物が認めら れたが、粗大粒が発生した表層から200µm位置では粒界 炭化物が認められなかった。

Thermo-Calcで作成した平衡状態図より、浸炭期にお ける表面C濃度を推定し、粒界炭化物の析出しやすさを 評価した(Fig. 10)。Steel A、Bともに状態図上にセメ ンタイト(θ)とグラファイト(G)が現れており、浸炭期 にグラファイトと平衡する相はγ、θの2相である。ま た、浸炭期における表面C濃度はグラファイトと局所平衡 する値となると考えられ、その値は減圧浸炭を実施した 1000℃においてはFig. 10中の〇印で示される。Steel A は3.9mass%C、Steel Bは1.8mass%Cであり、Steel A はSteel Bより表面C濃度は大幅に高いことが分かる。こ のため、Steel AはSteel Bと比較して、浸炭期に導入され るC量が多く、θの析出が促進されると考えられる。すな わち、炭化物の析出サイトである結晶粒界で炭化物が生成 しやすいと考える。

以上から、高Cr組成であるSteel AがSteel Bと比較して 減圧浸炭における結晶粒度特性に優れるメカニズムを、浸 炭期に析出する粒界炭化物の観点から以下のように推定し た。また、Fig. 11に概念図を示す。



Fig. 10 Calculated phase diagrams for Steel A and B.



Fig. 11 Schematic figure of mechanism of grain growth in low pressure carburized specimens.

【Steel A:高Cr組成】

- 均熱期直後: γ単相まで加熱されるが、ピンニング粒 子(AI窒化物、Nb炭窒化物)により結晶粒粗大化は抑 制される。
- ② 浸炭期直後:鋼材表層においてピンニング粒子は固溶し、ピンニング力は低下する。一方、浸炭期に第二相として析出した粒界炭化物により結晶粒界の移動を拘束したことで、浸炭期に生じる結晶粒粗大化を抑制する。
- ③ 拡散期以降:浸炭期に析出した粒界炭化物は固溶し消 失する(Fig. 5)。

【Steel B:低Cr組成】

- 均熱期直後: γ単相まで加熱されるが、ピンニング粒子(AI窒化物、Nb炭窒化物)により結晶粒粗大化は抑制される。
- ② 浸炭期直後:鋼材表層においてピンニング粒子は固溶し、ピンニング力は低下する。また、低Cr組成により粒界炭化物が析出しにくく、結晶粒界移動が発生し粒成長が生じる。
- ③ 拡散期以降: 浸炭期で成長した結晶粒が異常粒成長 し、粗粒化する。

# 5. 結言

高温減圧浸炭において、高Cr鋼が結晶粒粗大化抑制に 及ぼす影響を明らかにする目的で、高Cr組成のSteel Aと 低Cr組成のSteel Bの1000℃減圧浸炭特性評価を行った 結果、以下の知見を得た。

- (1)高Cr組成であるSteel Aは1000℃減圧浸炭においても結 晶粒粗大化が生じず、整粒であった。一方、低Cr成であ るSteel Bは同処理において結晶粒粗大化が生じた。
- (2)高温減圧浸炭における結晶粒粗大化は減圧浸炭工程における浸炭期で生じることが分かった。
- (3)高Cr組成の場合、浸炭期に粒界炭化物が析出しやすく、 粒界炭化物が結晶粒界移動を拘束したことで結晶粒粗大 化を抑制したと考える。なお、その後の拡散期以降にこ の粒界炭化物は固溶し消失したと考えられる。

以上の結果から、高Cr組成により減圧浸炭中に第二相 として析出する粒界炭化物は表層における結晶粒度特性に 大きく影響することが分かった。このように鋼材を高Cr 化することは、カーボンニュートラル達成に向け、高温化 のニーズが高まると予想される減圧浸炭において、結晶粒 粗大化抑制のツールとして有効である。

# 参考文献

- 1) 経済産業省「製造分野における熱プロセスの脱炭素 化」プロジェクトの研究開発・社会実装の方向性
- 2) NSK レポート 2024 2024 年 3 月期 統合報告書
- 3) 平出裕紀,小栗正彦,松原周,松本公明,三 枝 賢 治: JTEKT ENGINEERING JOURNAL, 1020(2023), 21.
- 4) 内藤武志: 浸炭焼入れの実際第2版 (1999)3
- 5) 森田敏之,羽生田智紀:鉄と鋼,92(2006)4,36.
- 6) 日本熱処理技術協会:熱処理ガイドブック
- 7) 杉山道生: 熱処理, 37(1997)3, 154.
- 8) 森田敏之,松村康志:電気製鋼,81(2010)2, 109.
- 9) 藤堂尚二, 堀本雅之, 西澤泰二: 材料とプロセス, 19(2006),59.
- 10) 小塚巧,住田庸,嬉野欣成:愛鋼技報,21(2003), 12.
- 11) 中野修,嬉野欣成,福田耕一,藤原輝元,福田 康弘:日本熱処理技術協会講演大会講演概要集, 57(2006), 1221.
- 12) 安東知洋,森田敏之,井上圭介:電気製鋼, 84(2013), 13.
- 13) 原井哲,村上茂:不二越技報,55(1999)2,17.
- 14) 平松真一, 稲垣功二, 坂上秀幸, 山本出: 熱処理, 58(2018)2, 54.





栗田 俊

常陰 典正

特 集