

論文 / 著書情報
Article / Book Information

題目(和文)	浸炭窒化焼入れした鋼の接触疲れ強さ
Title(English)	
著者(和文)	渡辺陽一
Author(English)	
出典(和文)	学位:博士(工学), 学位授与機関:東京工業大学, 報告番号:甲第4114号, 授与年月日:1999年3月26日, 学位の種別:課程博士, 審査員:
Citation(English)	Degree:Doctor (Engineering), Conferring organization: Tokyo Institute of Technology, Report number:甲第4114号, Conferred date:1999/3/26, Degree Type:Course doctor, Examiner:
学位種別(和文)	博士論文
Type(English)	Doctoral Thesis

浸炭窒化焼入れした鋼の接触疲れ強さ

指導教官 三島 良直 教授

東京工業大学大学院

総合理工学研究科

材料科学専攻

渡辺 陽一

目次

第一章 序論	1
1. ガス浸炭窒化処理の歴史	1
2. 浸炭窒化処理に関するこれまでの研究と問題点	2
2. 1 窒素含有鉄の焼入時効と機械的性質	2
2. 2 浸炭窒化処理鋼の機械的性質	4
3. 自動車用表面硬化部材の高強度化ニーズ	5
4. 本研究の目的と本論文の構成	7
参考文献	11
第二章 接触疲れ破損とその発生要因	13
1. 緒言	13
2. 実験方法	17
2. 1 試験歯車の作成	17
2. 2 歯車試験	22
3. 実験結果および考察	22
4. 結言	33
参考文献	34
補遺 2A-1 残留応力の測定	35
2A-2 ヘルツ面圧	36
第三章 浸炭窒化焼入れした鋼の焼戻軟化抵抗に及ぼすCr量の影響	40
1. 緒言	40
2. 実験方法	41
3. 実験結果	43
3. 1 炭素および窒素濃度分布とミクロ組織	43
3. 2 浸炭窒化した鋼の焼戻軟化特性	47
3. 3 浸炭窒化した鋼の焼戻軟化抵抗に及ぼすCrの影響	50
3. 4 マルテンサイトの格子定数	54
3. 5 X線回折	54
4. 考察	59
5. 結言	60
参考文献	62
補遺3A 残留オーステナイト量の測定	63
第四章 浸炭窒化焼入れした鋼の焼入組織および焼戻特性に及ぼす窒素量の影響	64
1. 緒言	64
2. 実験方法	64

2. 1	供試材	64
2. 2	浸炭窒化焼入れ	66
2. 3	組織解析	68
3.	実験結果および考察	68
3. 1	焼入組織の異常性	68
3. 1. 1	光学顕微鏡組織	68
3. 1. 2	深さ方向の組織解析	75
3. 1. 3	残留オーステナイト量とフェライト相のX線回折半価幅に及ぼす窒素量の影響	75
3. 2	浸炭窒化層の焼戻特性に及ぼす窒素量の影響	82
3. 2. 1	焼戻軟化抵抗に及ぼす窒素量の影響	82
3. 2. 2	固溶窒素量	82
4.	結言	87
	参考文献	88
	補遺4A 冷却速度の計算	89
第五章 浸炭窒化焼入れしたJIS SCr420H鋼の焼戻軟化抵抗および接触疲れ強さに及ぼすショットピーニングの影響		94
1.	緒言	94
2.	実験方法	95
2. 1	試験片	95
2. 2	接触疲れ強さ試験	97
3.	実験結果および考察	100
3. 1	硬さ分布	100
3. 2	ミクロ組織	100
3. 3	マトリックス格子定数の変化と固溶窒素量	103
3. 4	X線回折	106
3. 5	ローラーピッチング試験結果	108
3. 6	クラックの発生およびその伝播	115
3. 7	歯車疲労試験結果	121
3. 8	ピッチング寿命の代用特性	124
4.	結言	124
	参考文献	127
	補遺5A ローラーピッチング試験における接触面圧	129
第六章 浸炭窒化焼入れおよびその後ショットピーニング処理したCr含有鋼の機械的性質に及ぼす窒素量の影響		130
1.	緒言	130
2.	接触疲れ強さに及ぼす窒素量の影響	131
2. 1	実験方法	131
2. 2	実験結果および考察	131

3. 摩擦摩耗特性	137
3. 1 実験方法	137
3. 2 実験結果および考察	139
3. 2. 1 表面硬さとミクロ組織	139
3. 2. 2 TEM組織	144
3. 3. 3 摩擦摩耗試験結果	144
4. 結 言	150
参考文献	151
第七章 軟窒化後高周波焼入れしたCr-Mo-V鋼の接触疲れ	152
1. 緒 言	152
2. 実験方法	153
2. 1 供試鋼	153
2. 2 表面硬化熱処理	153
2. 3 接触疲れ試験	156
3. 実験結果および考察	157
3. 1 ミクロ組織と硬さ分布	157
3. 2 接触疲れ寿命	160
3. 3 表面破損形態	160
3. 4 高温軟化抵抗	165
3. 5 残留オーステナイトによる影響	174
4. 結 言	174
参考文献	176
第八章 量産歯車への適用	178
1. 緒 言	178
2. 操業管理について	178
3. 品質管理について	182
4. 浸炭窒化処理後の鋼中侵入水素について	182
5. 結 言	186
参考文献	187
第九章 総 括	188
1. 本研究のまとめ	188
2. 今後の課題	192

第一章 序 論

1. ガス浸炭窒化処理の歴史

表面硬化処理の目的は、破壊の起点となる表面層を強化し、部材の疲れ強さを効率的に高めることである。最も代表的な表面硬化処理であるガス浸炭焼入れは、米国の影響を受け、1955年ころから急速に発展¹⁾し、現在自動車用表面硬化部材の大半に適用されるに至っている。しかし、このガス浸炭焼入れ処理において、必然的に生ずる表面の粒界酸化（Cr,Mn酸化物）とそれに伴う異常層の出現は疲れ強さの点で好ましくない。特に、異常層は、粒界酸化層周辺のCr,Mn濃度の低下に起因する焼入性の低下によって生じた微細パーライトを中心とする軟化組織であり、疲労破壊の起点になりやすい。これを回避する方法として、浸炭性ガスと共に微量のNH₃ガスを添加して窒素をも侵入させ焼入性を改善させるガス浸炭窒化法が知られている。またガス浸炭窒化処理は、この侵入窒素の焼入性向上効果²⁾を利用して、浸炭焼入れだけでは十分な硬さの得られない炭素鋼にも適用されている。

ガス浸炭窒化処理の歴史は、古く、1883年米国のJ. Gillが得た特許「規制された量で、個々または合一して送られる炭水化物蒸気と窒素による密閉室内の鉄または鋼の処理法」に始まる³⁾とされる。その後、1926年Brameley⁴⁾の報告、1951年のRengstorffら⁵⁾の基礎研究によって発展した。ガス浸炭窒化処理が実用化されたのは1935年からである。しかし、現在でも工業的応用例は少なく、特に我が国では、焼入性の低い、すなわち合金成分量の少ない低コスト鋼材への適用を目的に、窒素を微量侵入させる浸炭窒化の数例に留まっているようである。この理由として、まず、①窒素による残留オーステナイトの増加という欠点や窒素量の調整の難しさが挙げられる。そして、②窒素の侵入による焼入組織への影響が明らかにされていない。ポイドや黒鉛の出現に関する異常組織に関しては、新美、奥宮ら^{6,7)}による詳細な研究によってほぼ解明されているが、それ以外の組織、例えば残留オーステナイトや窒素含有マルテンサイト相および析出相などについては十分に解明されたとは言えない。③②と関連して、浸炭材に比較し、機械的性質や疲れ特性に関する基礎的研究、特に0.3%以上の

高窒素域での研究が少ないこと。④これまでは、浸炭用鋼材（低合金肌焼鋼）の研究⁸⁾が急速に進み、疲れ強さ改善のニーズに浸炭処理でも十分に対応することができたこと、が考えられる。

しかし、後述するように、近年の自動車の軽量化を目的とした自動車用部品の小型とエンジン出力の向上により、鋼を素材とした動力伝達部材は一層の高強度化が要求されるが、従来の浸炭焼入れのみでは、強度上の対応限界に近付いている。一方、鋼材などの低コスト化が追求されており、高価な合金成分を増量することなく、要求される表層部のみ強化できる表面硬化熱処理に大きな期待がかけられている。このようなことから、ガス浸炭窒化処理は、前述したように残留オーステナイトを増加させる欠点を抱えてはいるが、強さの点で期待できる窒素含有マルテンサイトが形成するため、現在の高強度化ニーズに対応できる可能性を秘めた表面硬化処理として見直されつつある。

2. 浸炭窒化処理に関するこれまでの研究と問題点

2. 1 窒素含有鉄の焼入時効と機械的性質

Fig. 1-1 に示すFe-N系状態図⁹⁾から明らかなように、オーステナイト中の窒素の最大固溶量は、923 Kで2.8 mass%，フェライト中では863 Kの共析点で約0.1 mass%であるが、室温(フェライト)ではほとんど固溶しない。従って、窒素含有鉄は時効硬化材であることが予測される。Fe中の窒素の挙動については、Jack¹⁰⁾の研究報告が最も古く、 α' -Fe₁₆N₂¹¹⁾および γ' -Fe₄Nの析出挙動ならびに結晶構造を明らかにしている。その後、Kehら¹²⁾、今井ら¹³⁾、Bell¹⁴⁻¹⁶⁾、Garwoodら¹⁷⁾、Gentら¹⁸⁾によっても研究されている。すなわち焼入後室温時効を行うと、円板状の窒素原子クラスターが形成し、最も硬くなる。さらに時効が進むと中間相として α' -Fe₁₆N₂の析出を経て、473K以上の時効により γ' -Fe₄Nに変化し、粗大化することが明らかにされている。

Fe-C-N系については、Chengら¹⁹⁾が詳細な報告を行っている。0.2 mm tに冷間圧延したシート状の純鉄を用い、NH₃濃度を変化させた浸炭窒化処理により、(C+N)濃度を一定にしC/Nを変化させた試料を作成し、焼戻し過程の組織変化を詳細に

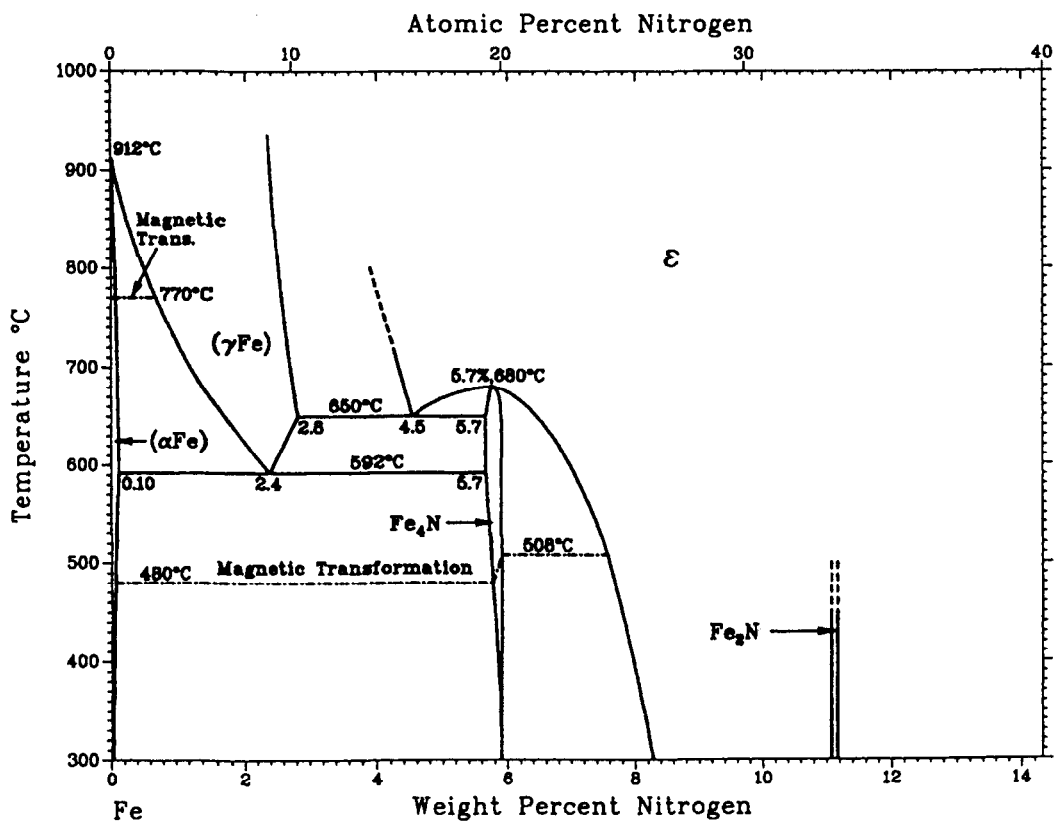
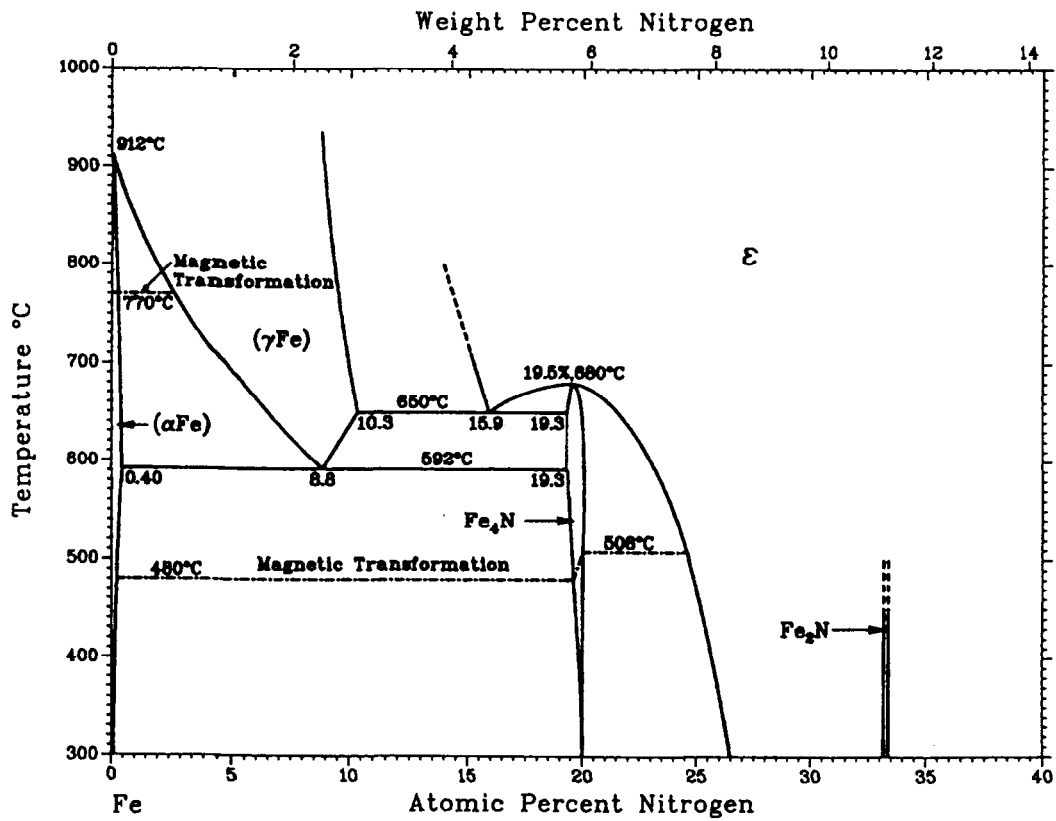


Fig. 1-1 Phase diagram of Fe-N system⁹⁾.

調べている。それによると、Fe-C-N マルテンサイトの焼戻し過程は、次のようである。

- a) 200 K~370 K: マルテンサイト中のC,N原子の再配列
- b) 370 K~450 K: α'' -Fe₁₆N₂および ϵ/η 炭化物の析出
- c) 450 K~560 K: α'' から γ' -Fe₄Nの変化, ϵ/η 炭化物の粗大化
- d) 540 K以上: 残留オーステナイトの分解
- e) 570 K以上: ϵ/η 炭化物の θ -Fe₃C(セメンタイト)への変化, 粗大化

機械的性質に関しては、Ferguson²⁰⁾が、フェライトへの窒化処理を行った試料で引張試験を行い、引張強さに及ぼす固溶窒素および時効処理の影響を詳細に調べ、窒素の固溶強化が確認された (2360 MPa/mass%N) こと、また引張特性は、時効硬化合金のそれと類似した挙動を示したことなどを報告している。しかし、これ以外では窒素含有マルテンサイトの機械的性質に関する研究は極めて少ない。

2. 2 浸炭窒化処理鋼の機械的性質

表面硬化鋼の表面層は、ほとんどの場合、焼入マルテンサイトのほか、数%以上の残留オーステナイトが存在する。特に、高濃度(C>0.9%)の浸炭処理や通常の0.7~0.9%Cの浸炭処理でも合金鋼の場合には、焼入後、表層部には20%以上の残留オーステナイトが存在する。この残留オーステナイトの存在は、機械的性質、特に疲れ特性に対していかなる作用を示すか、これまでに残留オーステナイトの影響を解明するための研究が精力的に行われてきた。試験片の残留オーステナイト量は、マルテンサイト変態開始温度(Ms温度)およびマルテンサイト変態終了温度(Mf温度)を変化させる母材合金成分や、焼入後のサブゼロ処理の有無などによって調整できるが、最も容易に、表層部のみ調整できるのが浸炭窒化処理である。浸炭窒化処理した鋼の機械的性質に関する研究は、この残留オーステナイト量の影響を解明することに重点をおいた研究が多い。Pradoら²¹⁾は、Ni-Cr-Mo鋼を用い、浸炭および浸炭焼入れを行い、炭素量最大1.06%、窒素量最大0.55%まで炭素および窒素量を調整することによって、表層部の平均残留オーステナイト量を9%から50%まで変化させた。回転曲げ疲れ試験により疲れ強さの詳細な解析を行い、20%から30%までは疲労限が向上することを報告し

ている。しかしながら、残留オーステナイトは、表面硬さを低下させ、同時に圧縮残留応力も減少させるため、疲れ強さを低下させるとの報告^{22,23)}も古くからあり、残留オーステナイトの影響についての定説は存在しない。

また、転がり疲れなどの接触疲れについては、回転曲げ疲れ特性と比較すると研究報告が少ないが、内藤ら²⁴⁾やKiessling²⁵⁾が、浸炭窒化処理によって、後述する耐ピッキング性や耐摩耗性などの接触疲れ強さが向上するという実験結果を報告し、この原因が残留オーステナイト量の増加によるものであるとしている。しかし、いずれの研究も、侵入窒素による残留オーステナイトやマルテンサイト組織への影響がほとんど検討されていないこと、そして残留オーステナイトの疲れ特性への影響が、負荷条件の差異をも考慮した検討となっていない。このことが、疲れ特性における残留オーステナイトの影響を複雑にしている原因の一つとも思われる。すなわち、このような浸炭窒化処理による疲れ強さに関する研究報告では、残留オーステナイトの増加による影響と窒素による影響とが分離された検討とはなっておらず、浸炭窒化処理鋼の疲れ特性におよぼす窒素の影響については解明されたとはいえない。

3. 自動車用表面硬化部材の高強度化ニーズ

近年の自動車は、エンジンの多弁化(DOHC)や過給化(ターボチャージャー)に加え、燃料の直噴射化などに代表される高性能化・高出力化が急速に進む一方、地球規模の環境保全の観点から、燃費の向上を目的とした車体および構成部品の小型、軽量化が図られつつある²⁶⁾。このため、Fig. 1-2(a)(b)に示すような動力伝達部品、特にトランスミッション用歯車(Fig. 1-2(a), output gear, idler gear, pinion gear, final gear)の歯面や等速ジョイント(constant velocity joint)(Fig. 1-2(b))におけるボールとの転がり接触部を有する、いわゆる転動部品への負荷が極めて過酷になってきている。

これらトランスミッション用浸炭歯車を例にとれば、従来から主要課題であった歯元の衝撃強さ²⁷⁾および疲れ強さ²⁸⁾については、1970年台から1980年台にかけてのCr-Mo系高強度浸炭用鋼²⁷⁾やショットピーニング技術^{27,28)}の開発によって、すでに目標と

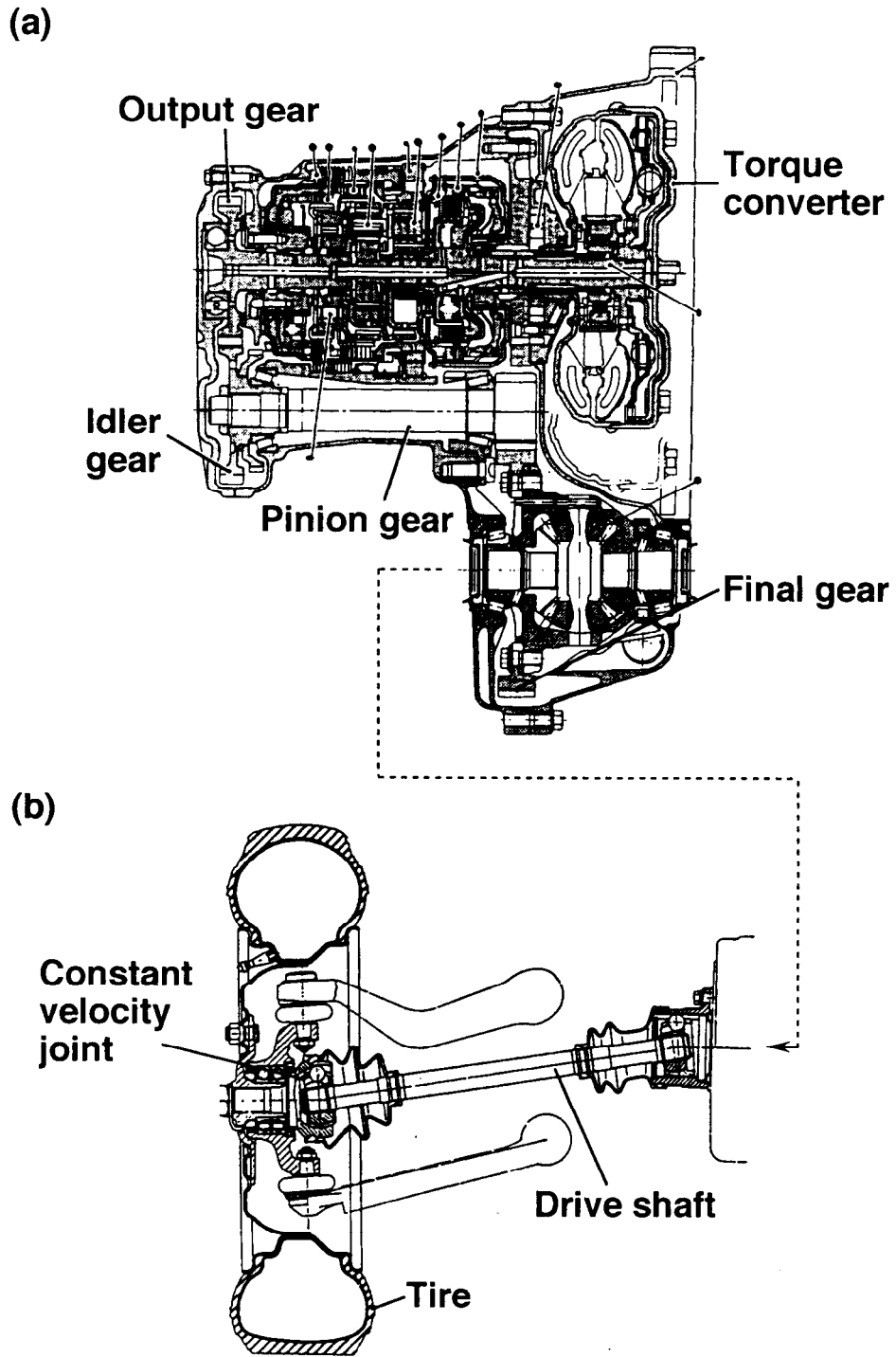


Fig. 1-2 Examples of power-train parts for automobile; (a) cross-section of automatic-transmission component, (b) constant velocity joint and drive shaft.

する高強度化を達成し、ほぼ問題が解決できている。

しかし、近年のさらに過酷な負荷運転下では、破損モードが従来の歯元折損から歯面での接触疲れ、特にピittingや摩耗に移行している。表面硬化した歯車における強度および破損モードは、歯車の周速度と歯面の接触応力との関係において、概念的にFig. 1-3²⁹⁾のように説明できるとされる。曲線は、各破損モードの発生限界、すなわち、その線より上部ではその破損が発生することを示す。このような概念図は、Dudly³⁰⁾やNiemannら³¹⁾によっても発表されている。乗用自動車の通常運転の周速度(circumferential speed, 3~12m/s)域では、接触応力(contact stress)が高くなると、まず発生するのが歯元破損(tooth root breakage)であるが、歯元強度が向上して、接触応力をさらに増加させた場合に問題となるのが、歯面における、主にピitting(pitting)、スコアリング(scoring)および摩耗(wear)であると考えられている。このような接触疲れの早期発生は、必ずしも即座に歯車としての機能が損なわれるわけではないが、ノイズ、振動の増加や異音の発生から運転時の車室内騒音の増大を招き、車に求められている快適性などの基本性能にかかわる重要問題となっている。すなわち、近年における最重要課題は、歯面におけるこのような接触疲れ破損対策にあると言える。

従って、本研究では、耐ピitting性や耐摩耗性などの接触疲れ強さを中心に、実用部品を念頭においた負荷条件下での研究を行うこととした。スコアリングについては、鋼と鋼の直接接触により、接触面が融着しては再び引き剥がされるために起こる損傷³²⁾であって、材料の疲労が主原因で起こる現象とは異なり、運転状況例えば歯面での接触状態、特に潤滑状態不良や過負荷によって発生する現象³³⁾であるため、本研究では基本的には取り扱わないことにした。

4. 本研究の目的と本論文の構成

本研究は、自動車用動力伝達部品、特に歯車およびドライブシャフト用等速ジョイントの高強度化を目標に、窒素含有硬化層を有する鋼について、以下の3項目を明らかにする目的で行った。

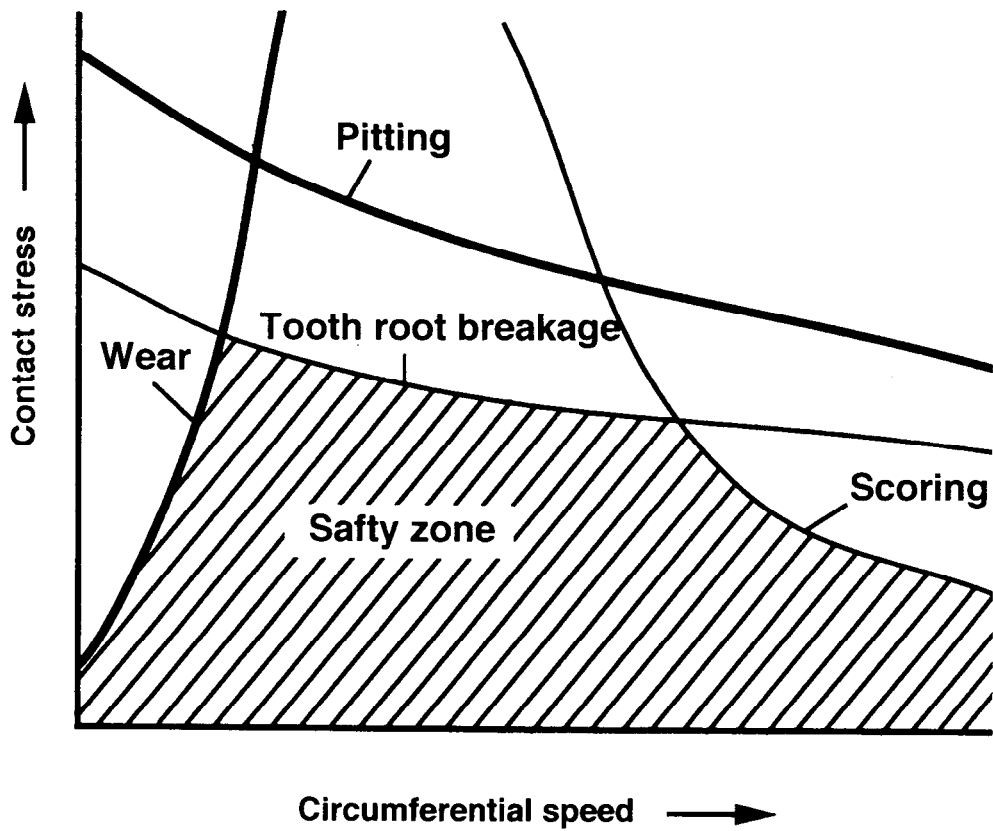


Fig. 1-3 Schematic explanation of failure modes of surface hardened gear²⁹⁾.

- (1) 元来焼入性に優れるCr含有肌焼鋼を用い、浸炭窒化層の焼入組織ならびに焼戻軟化抵抗に及ぼす窒素量の影響を明らかにする。
- (2) 浸炭窒化処理鋼の接触疲れ強さに及ぼす窒素量およびその後のショットピーニング処理の影響を明らかにする。(1)、(2)項の結果より、母材Cr量の増量を抑え、適正量の窒素を侵入させる浸炭窒化処理を行うことによる、高強度化の可能性を明確にする。
- (3) 高周波焼入れの利点(短時間処理)を活かし、軟窒化処理後高周波焼入れすることによって、表層部に窒素含有マルテンサイトを形成させ、接触疲れ強さへの影響を明らかにする。

さらに、自動車用量産歯車への浸炭窒化処理を適用すべく、実際のガス浸炭炉での操業管理、品質管理および問題点についての検討を加える。

次に、本論文の構成を述べる。

第二章「接触疲れ破損とその発生要因」では、歯車を試作し、近年の実歯車の運転状況を想定した条件にて歯車試験を行い、接触疲れ強さに及ぼす冶金的要因の検討を行った。

第三章「浸炭窒化焼入れした鋼の焼戻軟化特性に及ぼすCr量の影響」では、Cr含有量の異なる肌焼鋼を用い、母材Cr量と侵入窒素量による焼戻軟化抵抗への影響を比較検討した。

第四章「浸炭窒化焼入れした鋼の焼入組織および焼戻軟化特性に及ぼす窒素量の影響」では、浸炭窒化層の焼入組織ならびに焼戻軟化特性に及ぼす窒素量の影響について検討した。

第三章および第四章が、目的の(1)に相当する。

第五章「浸炭窒化焼入れしたJIS SCr420H鋼の焼戻軟化抵抗および接触疲れ強さに及ぼすショットピーニングの影響」では、浸炭窒化層の焼戻軟化抵抗に及ぼすショットピーニングの影響、および二円筒型接触疲れ試験(以下、ローラーピッティング試験)を行い、ピッティング寿命に及ぼすショットピーニングの影響を検討した。また焼戻軟化抵抗とピッティング寿命との関連についても考察を行った。

第六章「浸炭窒化焼入れおよびその後ショットピーニング処理した鋼の機械的性質に及ぼす窒素量の影響」では、浸炭窒化焼入れおよびその後ショットピーニング処理した鋼について、ローラーピットティング試験を行い、ピットティング寿命に及ぼす窒素量の影響を検討した。また、摩擦摩耗特性に及ぼす窒素量の影響を検討した。

第五章および第六章は、目的の（２）に相当する。

第七章「軟窒化処理後高周波焼入れしたCr-Mo-V鋼の接触疲れ」では、0.55%Cの中炭素鋼をベースに合金成分の異なる鋼を用い、軟窒化として塩浴軟窒化(商品名：タフトライド)を行い、その後高周波焼入れした鋼のローラーピットティング試験を行った。中炭素マルテンサイトによる強さと窒素含有中炭素マルテンサイトによる強さの比較検討を行うと共に、これらへの合金成分の影響も検討した。

この章は、目的の（３）に相当する。

第八章「量産歯車への適用」では、接触疲れ強さの向上を目的に、自動車用量産歯車への浸炭窒化処理を適用した場合の、操業管理ならびに品質管理について検討した。また、浸炭処理において時として問題となる遅れ破壊について、その原因とされる侵入水素についても考察した。

第九章「総括」では、本研究の結果を総括すると共に、今後の課題についてまとめた。

参考文献

- 1) 滝島延雄, 日本金属学会会報, 14 (1975) 2, 89.
- 2) ASM Handbook, 10th ed., 4, 379.
- 3) 西 正隆, 三浦克介, 熱処理, 6 (1966) 1, 8.
- 4) A. Baramaley and G.H. Beeby: Iron Steel Inst. Carnegie Scholarship Memoirs, 15 (1926), 21.
- 5) G.W. P. Rengstorff, M. B. Bever and C. F. Floe: Trans. ASM, 43 (1951) 342, 378.
- 6) 新美 格, 恒川好樹, 日比野義博, 星野 薫: 熱処理, 24 (1984), 14.
- 7) 奥宮正洋, 恒川好樹, 新美 格, 亀田弘之: 日本金属学会誌, 54 (1990) 2, 208.
- 8) 並木邦夫: 鉄と鋼, 80 (1994) 5, 233.
- 9) Thaddeus B. Massalski, H. Okamoto, P.R. Subramanian and Linda Kacprzak: BINARY AALOY PHASE DAIGRAMS, second ed., 2, ASM international, 1792.
- 10) K. H. Jack: Proc. Roy. Soc., 208A (1951), 200.
- 11) K. H. Jack: Proc. Roy. Soc., 208A (1951), 216.
- 12) A. S. Keh and H. A. Wriedt: Trans. of the Metal Society of AIME, 224 (1962), 560.
- 13) 今井勇之進, 泉山昌夫, 土屋正行: 日本金属学会誌, 29 (1965) 11, 1047.
- 14) T. Bell and W. S. Owen: J Iron Steel Inst., 205 (1967), 428.
- 15) T. Bell: J Iron Steel Inst., 206 (1968), 1017.
- 16) T. Bell and D. Brough: Metal. Sci., J., 4 (1970), 171.
- 17) R. D. Garwood and G. Thomas: Metall., Trans., 4 (1973), 225.
- 18) A. Van Gent, F. C. Van Doorn and E. J. Mittermijer: Metall. Trans., A, 16 (1985), 1371.
- 19) Liu Cheng, A. Bottger and E. J. Mittermeijer: Metall. Trans., A, 23A (1992),

1129.

- 20) P. Ferguson: Metall., Trans. A, 16A (1985), 45.
- 21) J. M. Prado, J. L. Arques: Journal of Materials Science 19 (1984), 2980.
- 22) H. E. Frenkel, J. A. Bennett and W. A. Pennington: Trans. ASM, 52 (1960), 257.
- 23) G. A. Apple and G. Krauss: Met. Trans., 4 (1973), 1195.
- 24) K. Nakamura, K. Mihara, Y. Kibayashi, and T. Naito: Spec. Publ. Soc. Automot. Eng., sp-522 (1982), 11.
- 25) L. Kiessling: Heat Treatment of Metals, 7 (1980) 4, 97.
- 26) 小倉真義：特殊鋼，44 (1995) 3, 9.
- 27) 例えば，並木邦夫，飯久保知人：電気製鋼，59 (1988) 1, 5.
- 28) 例えば，松本 隆，岡田義夫，田中敏行，川口明夫：自動車技術協会学術講演会前刷集，1990-10, 902.
- 29) Jacobson: Gear Design-Lessons from Failures, Automotive Design Engineering, 8 (1969) 8, 26.
- 30) D. W. Dudley: GEAR HANDBOOK, McGRAW-HILL (1962), 14.
- 31) G.Niemann, H.Rettig, G.Lechner: VDI-Z, 105 (1963), Nr. 6, 21, Feb.
- 32) 技術資料 歯車強さ設計資料，日本機械学会 (1979), 140.
- 33) 西田新一：機械機器破損の原因と対策，日刊工業新聞社 (1986), 140.

第二章 接触疲れ破損とその発生要因

1. 緒言

第一章 Fig. 1-2 (a),(b) に示した自動車用のトランスミッション・ユニットにおける歯車の歯面や等速ジョイントの外輪内部の転動部(ボール転がり溝)では、駆動時、高い接触応力だけでなく、必ずすべりを伴う。この場合、部材の寿命は、摩耗の他、ピitting(軸受けでの損傷ではフレーキングと呼ばれることもある)による接触疲れ現象によって支配される場合が多い。このようなピットが多数発生して連なった場合にはスポーリング(spalling)と呼んだり、また硬化層の厚さや芯部硬さが不適當であつたりした場合に、硬化層と芯部の境界付近に沿って亀裂が進展し大きなはく離にいたる損傷を特にケースクラッシング(case crushing)と言う場合もある。

ピittingの明確な定義は未だ存在していないが、通常、駆動歯車の歯面の歯元部から歯先に向かってV字状に進展する疲労クラックにより、歯面に凹み(ピット)を生ずる現象¹⁾と言われている。

また、ピittingには、歯面が馴染むにしたがって進行を停止する非進行性ピitting(あるいは初期ピitting)と呼ばれるものと、経時進行していく進行性ピitting(あるいは破壊性ピitting)と呼ばれるものがある²⁾。当然重要なのは、この進行性ピittingであつて、ノイズの増加から最終的には歯元破壊(切損)に至ることもある。

実際の歯車の歯面における破損の典型例を走査型電子顕微鏡(以下、SEM)により観察した結果をFig. 2-1 (a)-(d)に示す。これは、自動車のオートマティックトランスミッション用歯車(ピニオンリダクションギア)の一つの歯を切り出して観察した歯面であり、実際のトランスミッションユニットに組み込んで行った耐久試験において発生した例である。歯面にかかる計算上の接触面圧は、最大(片当たりした場合)3.78GPaである。また歯元相対すべり速度は最大4.0m/s、繰り返し数(耐久回数)は 8.0×10^6 cyclesである。写真上が歯先側、写真下が歯元側である。(a)は、ピittingが発生した初期の状態の破損であり、非常に多数のピット状の破損が認められる。これ

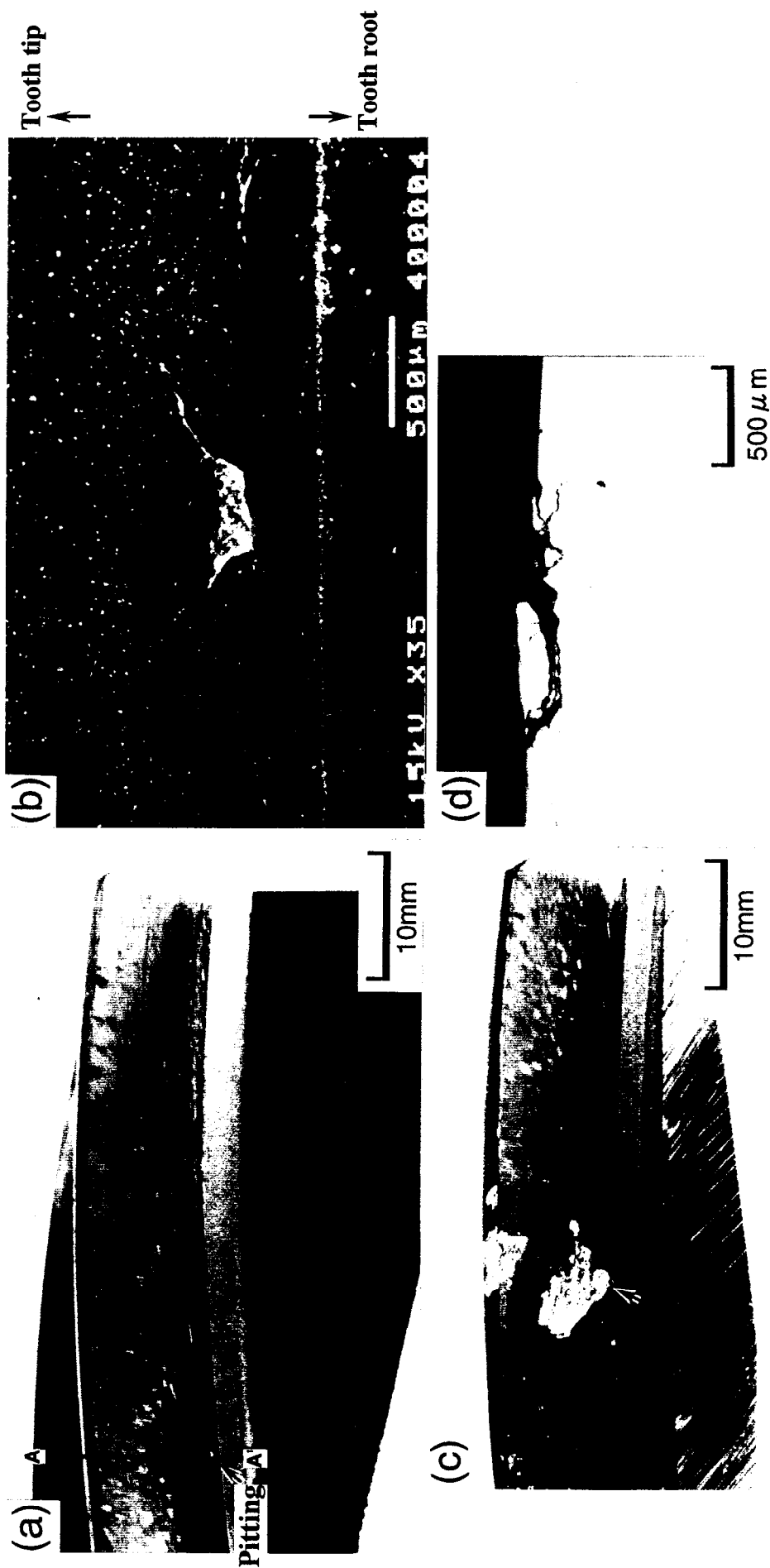


Fig. 2-1 Typical examples of damages on the surface of the pinion reduction gear in automatic-transmission ($P_{max}=3.78$ MPa, maximum slip rate=4.0 m/s, $N_f=8 \times 10^6$ cycles); (a) typical initial stage of pitting fracture which occurred between the pitch circle and the tooth root of the pinion reduction gear, (b) a SEM micrograph of initial stage of pitting shown by arrow in (a), (c) large progressive pitting shown by arrow, (d) optical micrograph of cross-section of (b), line A-A' in (a).

らの破損のほとんどは、歯元からピッチ円^{註1}にかけての領域に発生している。→部の破損を拡大したのが(b)である。歯元近傍の表面を起点に歯先に向ってはく離が進行している進行性のピittingの典型例である。さらに運転を継続した場合、(c)に示すような大きなはく離に至る。(d)は、(a)のA-A'断面を光学顕微鏡観察した写真である。50 μ m程度の深さまでの極表面層部を起点とした微小クラックであることが明瞭に分かる。このようなクラックが内部に進展し、(c)のような大きなはく離に至ったものと考えられる。

以上のように、ピittingは、接触面圧下での転がりとすべりの方向が逆となっている歯元部の表面において、引張応力が生じ、これによる表面での微小クラックの発生、さらにはピット状のはく離を経てV字型のはく離に進展するものと考えられている^{1,3)}。

ところで、前述したように近年の苛酷な運転条件下での歯車においては、駆動中の歯面は正常な潤滑状態下においても573K程度にまで昇温していることが、ローラー試験による接触面温度の実測結果⁴⁾から推定されている。従って、発熱すなわち再加熱あるいは焼戻しによる硬化層への影響が、高負荷条件下での接触疲れ挙動における重要な観点の一つに挙げられる。

接触疲れ破損として表面起点型のピittingを取り上げると、この破損は通常の疲労現象と同様に、表面のクラックの発生過程とクラックの伝播過程とからなると考えられる。それぞれについて、影響すると思われる主な要因を挙げ、Fig. 2-2のように整理した。すなわち、クラックの発生には、接触面での潤滑状態、表面の凹凸や非金属介在物の存在による応力集中による影響が挙げられる。また、表面硬さは、材料の降伏強さと相関があるため、クラックの発生に影響することは容易に考えられる。一方、クラックの伝播には、圧縮残留応力だけでなく、残留オーステナイトの存在による影響が考えられる。これは、残留オーステナイトが、クラック先端近傍での塑性変形によって応力誘起マルテンサイトに変態することが考えられるためである。当然、

^{註1}ピッチ円: 歯車の基準円。この円と歯面の交点がピッチ点。ピッチ点上ではすべりはゼロであるが、ピッチ点より上の歯先側および下の歯元側ではすべりが増大する。Fig. 2-1での破損は、このすべりの増大している歯元とピッチ点の間に発生している。

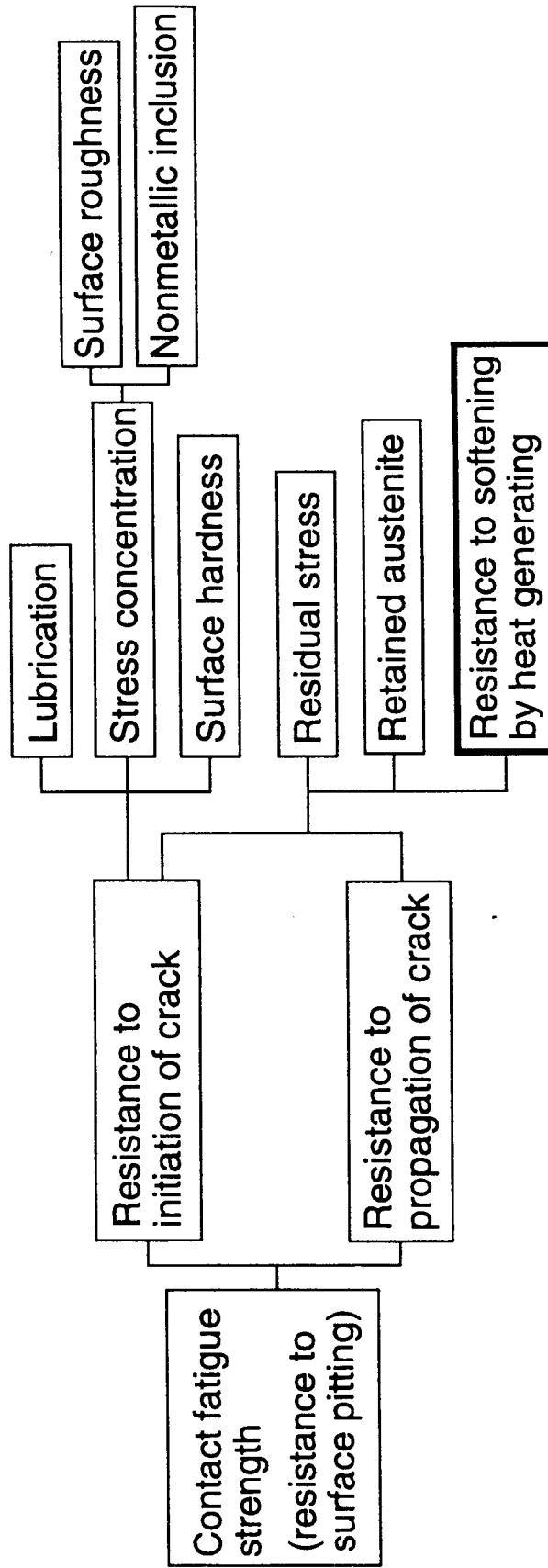


Fig. 2-2 Factors affecting contact fatigue strength.

これらは、表面のクラックの発生にも影響すると思われる。しかし、すでに述べたように接触疲れは、疲れの進行と同時に接触面での発熱を伴うため、通常の焼入れ後に行う焼戻処理の温度以上(約473 K以上)の発熱を伴う場合には、それによる組織変化によって、硬さすなわち材料強度が低下することが予想され、このことはクラックの発生と伝播のいずれにも影響すると考えられる。

そこで、本章では、近年の運転条件下での接触疲れ寿命について、潤滑や表面性状以外の材料における重要な要因を考察するため、歯車試験による予備的な実験を行った。

2. 実験方法

2. 1 試験歯車の作成

試験歯車は、Table 2-1 に示すように、モジュール^{注2} 3.87のはずば歯車^{注3}とした。

歯車材料として、Table 2-2 に示す4鋼種、①0.05Si-1Cr-0.4Mo、②0.3Si-1Cr-0.4V、③0.1Si-1Cr-0.8Moおよび④0.5Si-2Cr-0.4Mo鋼を用いた。これらの鋼について、熱間鍛造および焼ならし、そして所定の歯車形状に加工(turning and hobbing)後、ガス浸炭ならびにガス浸炭窒化焼入れ、焼戻し、ショットピーニング処理および固体潤滑被膜(二硫化モリブデン被膜, MoS₂ coating)処理を行った。9種類の歯車の試作条件を、Table 2-3 に歯車A~Iとして示す。

また、ガス浸炭およびガス浸炭窒化焼入条件をFig. 2-3 (a)-(c)に示す。熱処理時間および平衡炭素濃度値(CP値, %)は、歯面での有効硬化深さ (513Hv以上) がいずれも1.1~1.3mmになるように調整した。ガス浸炭窒化処理(Fig. 2-3 (b),(c))では、0.3Si-1Cr-0.4V鋼に対し、Fig. 2-3 (b)に示す処理を行った(Table 2-3 の歯車D)。また、Fig. 2-3(c)に示すように、浸炭処理後、微細な未固溶炭化物を析出させ、表面硬

^{注2}モジュール(module, 略号: M): 歯車の直径を d_0 、歯数を z とした場合、 $M = d_0 / z$

^{注3}はずば歯車(helical gear): 歯車の軸線に対し歯を斜めにした歯車、本研究で試作した歯車のねじれ角度 helix angle は15 deg.

Table 2-1 Dimensions of test gears.

	small gear (pinion)	large gear
normal module	3.87	
normal pressure angle	17.5 deg.	
helix angle	15 deg.	
center distance	100 mm	
number of teeth	21	29
diameter of pitch circle	84.14 mm	116.19 mm
addendum modification coefficient	0.01	-0.05
face width	10 mm	22 mm
surface finishing process	honing	
accuracy	JIS 0 grade	

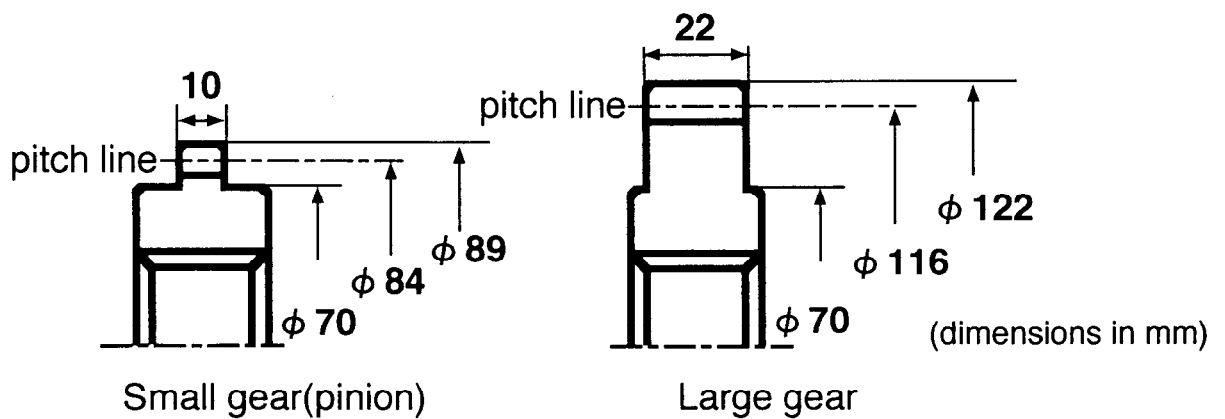


Table 2-2 Chemical composition of steels used (mass%).

steel	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V
① 0.05Si-1Cr-0.4Mo	0.19	0.05	0.84	0.009	0.018	1.08	0.41	-
② 0.3Si-1Cr-0.4V	0.17	0.30	0.92	0.004	0.014	1.13	-	0.36
③ 0.1Si-1Cr-0.8Mo	0.16	0.10	1.53	0.012	0.012	0.99	0.82	-
④ 0.5Si-2Cr-0.4Mo	0.19	0.50	0.31	0.006	0.018	2.11	0.41	-

Table 2-3 Specification of test gears.

Gear	Steel	Process				MoS ₂ coating
		Carburizing	Carburizing	Carbo-nitriding	Carburizing	
A	①					—
B	④					—
C	①					—
D	②	Hot forging	Normalizing(1173 K, A.C.)	Carbo-nitriding	Shot-peening (A.H.: 1.0mmA)	—
E	①	Turning and hobbing		Carburizing	Grinding	Shot-peening (A.H.: 1.0mmA)
F	①			Carburizing		Shot-peening (A.H.: 0.75mmA)
G	①	① 0.05Si-1Cr-0.4Mo		Carburizing		Shot-peening (A.H.: 0.1mmA)
H	③	② 0.30Si-1Cr-0.4V		Carburizing		—
		③ 0.10Si-1Cr-0.8Mo		Carburizing		—
I	①	④ 0.50Si-2Cr-0.4Mo		Carburizing		—
				Carburizing		—

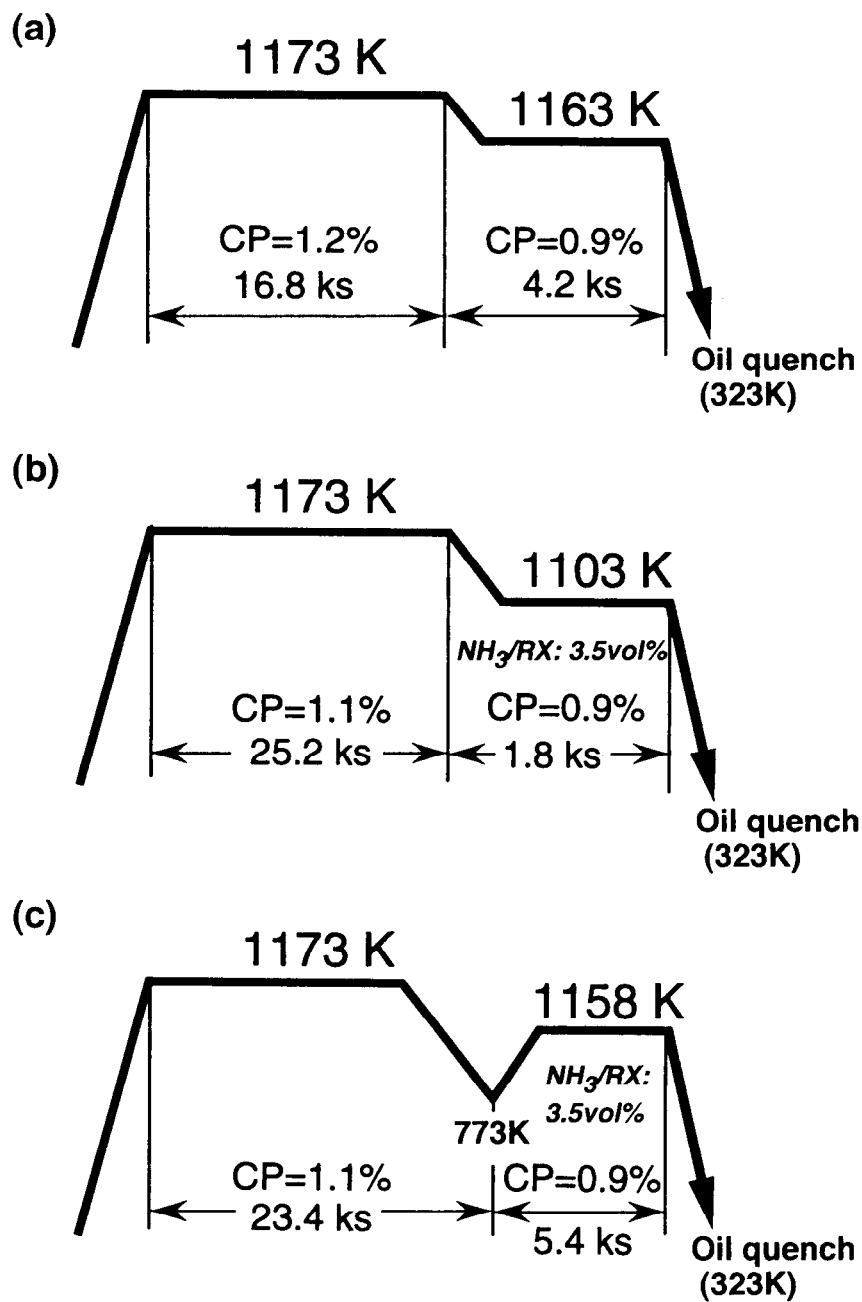


Fig. 2-3 Heat treatment conditions; (a) carburizing, (b) carbo-nitriding, for 0.3Si-1Cr-0.4V steel, (c) carbo-nitriding, for 0.05Si-1Cr-0.4Mo steel.

さを向上させる目的で、 A_1 点以下の773 Kにまで炉内(隔壁で仕切られた領域)で急冷させ、1158 Kにまで再加熱して浸炭窒化を行いその後焼入れする処理を、0.05Si-1Cr-0.4Mo鋼に適用した(Table 2-3 の歯車C)。焼入後、いずれも433 K - 7.2 ks の焼戻しを行った。

ショットピーニングは、空気式投射装置を用い、アークハイト(arc height, AHと略記)値^{註4}が、1.0, 0.75および0.1mmA(いずれもカバレッジ^{註5}は300%以上)の処理を行った(歯車E,F,G)。歯面の仕上げは、ねじ状砥石による歯車研削を行った後、ホーニング仕上げによりいずれもJIS 0 級^{註6}とした。

2. 2 歯車試験

Fig. 2-4 に示す動力循環式歯車試験機を用い、Table 2-4 に示す条件で試験を行った。すなわち、接触応力1010MPa、回転数1000rpmにて3.6ksの慣らし運転(run-in)を行った後、接触面圧を2019MPaに上げ評価試験を行った。歯面の接触面圧は、日本機械学会の計算方法⁵⁾により算出した。ピitting寿命の評価は、適当な間隔の耐久回数で運転を停止させ、歯面に生じたピittingの面積を測定し、歯面の有効接触面積に対するピitting面積率が3%になった耐久回数を寿命とした。

3. 実験結果および考察

各試験歯車のピitting寿命をFig. 2-5 に示す。固体潤滑被膜処理歯車(歯車A)が最も高寿命であり、0.5Si-2Cr-0.4Mo鋼(歯車B)、ガス浸炭窒化処理歯車(歯車C,D)

^{註4}アークハイト(arc height)値: ショットピーニングによる加工の強さの指標。板材(試験板)の片面のみにショットピーニングを行うと、加工面が一様に引き延ばされるために円弧状に変形する。本研究では、試験板に、アルメンストリップA片(SAE1080鋼、板厚1.27~1.31mm、硬さ H_R C46~50)を用いた。数字は、彎曲高さを示し、単位は、mmA。数字の大きいほど、強加工であることを意味する。

^{註5}カバレッジ(coverage): ショットピーニングの加工程度を示す指標。ショットピーニング加工面の前面積をA、これに含まれる圧痕面積の総和をBとした場合、カバレッジは $B/A \times 100$ (%)で表される。

^{註6}JIS 0級: JIS規格における歯車の精度指標。歯の形状(単一ピッチ、隣接ピッチ、累積ピッチ、法線ピッチ、歯形誤差、歯みぞの振れの6項目)に関する誤差が μ m単位で規定されており、0~8級の9等級ある内、最高精度。

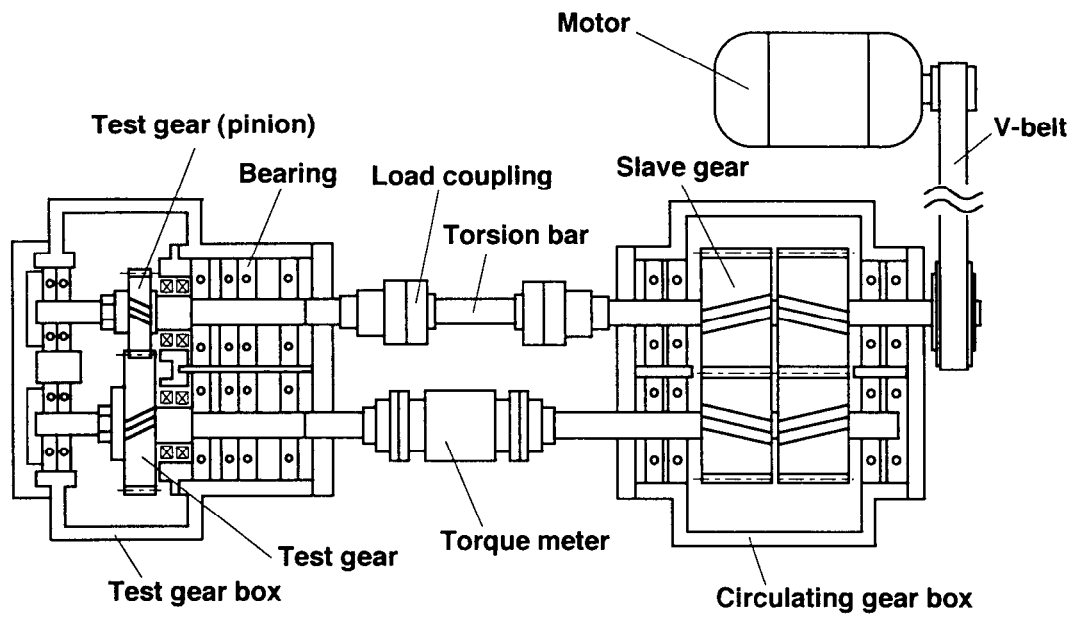


Fig. 2-4 Gear-pitting fatigue test apparatus.

Table 2-4 Gear test conditions.

	Run-in	Test
Conatct stress	1010 MPa	2019 MPa
Rotating speed	1000 rpm	
Lubricant	Automatic transmission fluid (333 ± 5 K)	
Operating time	3.6 ks	-

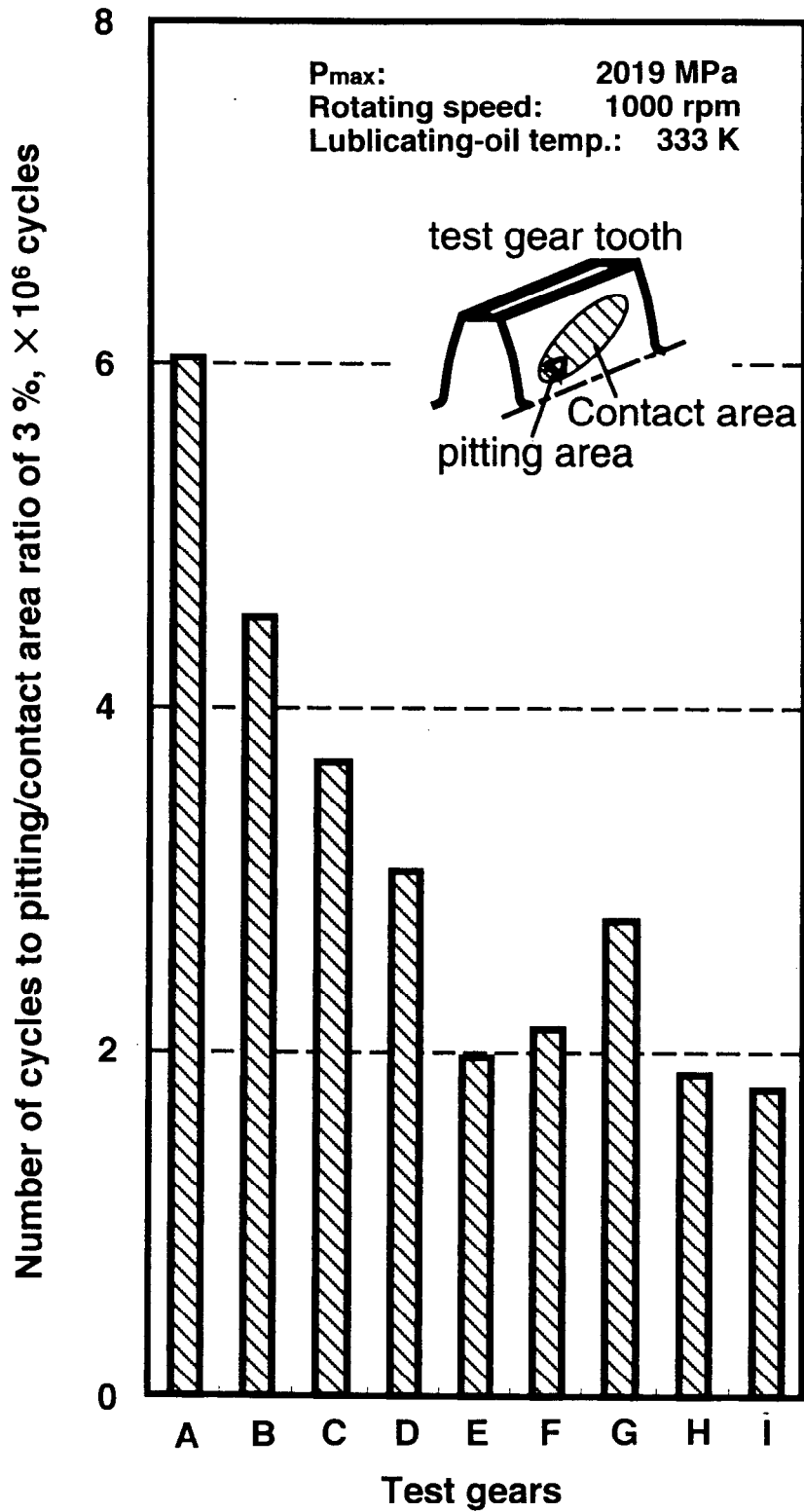


Fig. 2-5 Number of cycles to pitting/contact area ratio of 3 % of each gear tested; pitting/contact area ratio means the ratio of the pitting area to the contact area in the test gear tooth.

が高寿命となる結果を得た。しかし、ショットピーニング処理(歯車E,F,G)にはいずれも明瞭な効果は見られなかった。

歯車の表面硬さは、材料のせん断降伏強さと相関があることから、接触面でのせん断クラックの発生寿命さらにはピitting寿命との関連が推察される。浸炭あるいは高周波焼入れした建設機械用歯車においては、接触面圧 $200\text{kg}/\text{mm}^2$ (1960 MPa)に換算した場合のピitting発生寿命(噛み合い回数, N_f)と表面硬さ(ロックウェル硬さ, H_{RC})との関係を調べ、次式で表される相関関係⁶⁾のあることが報告されている。

$$N_f = 3.2 \times 10^{-5} (H_{RC})^{27} \quad [2-1]$$

ただし、ここでの歯車の周速度ならびに潤滑条件については明らかでない。Fig. 2-6は、固体潤滑被膜処理歯車Aを除く試験歯車について、歯元の噛み合い開始部における深さ約 $20\mu\text{m}$ での硬さを、マイクロビッカース計で測定(荷重 0.98N , 5~10点の平均値)し、ピitting寿命の関係を調べた結果である。本研究においては、ピitting寿命と表面硬さに相関はほとんど見られないことが分かる。

次に、圧縮残留応力の影響を調べるため、歯幅中央のピッチ点近傍における深さ約 $200\mu\text{m}$ まで、約 $25\mu\text{m}$ 間隔で、残留応力値をX線回折法[補遺2A-1参照]により測定した。深さ $200\mu\text{m}$ までの残留応力 σ_R の積分値($= \int \sigma_R \cdot ds$; ds は微小距離, 積分区間は0から $200\mu\text{m}$)を求め、寿命との関係を調べた。結果は、Fig. 2-7に示すように、圧縮残留応力についてもピitting寿命との明瞭な相関は認めがたい。

運転中の歯面の温度は、面圧 $200\text{kg}/\text{mm}^2$ (196 MPa), 潤滑油温度 363K では、約 473K , すなわち焼戻温度以上にまで上昇する⁷⁾ことが報告されている。本研究における試験条件においては、歯面における最大すべり速度が高い($1.42\text{m}/\text{s}$)ため、 473K 以上にまで上昇していることが考えられる。そこで、歯車の噛み合いによる歯面の温度上昇による影響を調査した。まず、Fig. 2-8は、歯車B(0.05Si-1Cr-0.4Mo鋼の浸炭焼入れ)と歯車I(0.5Si-2Cr-0.4Mo鋼の浸炭焼入れ)の焼戻しによる表面硬さの変化を比較したものである。焼戻時間は、本歯車試験時間を考慮して 36ks とした。 473K 以上の焼戻温度で、SiおよびCr増量の影響と思われる差が顕著に見られ、発熱によるピッ

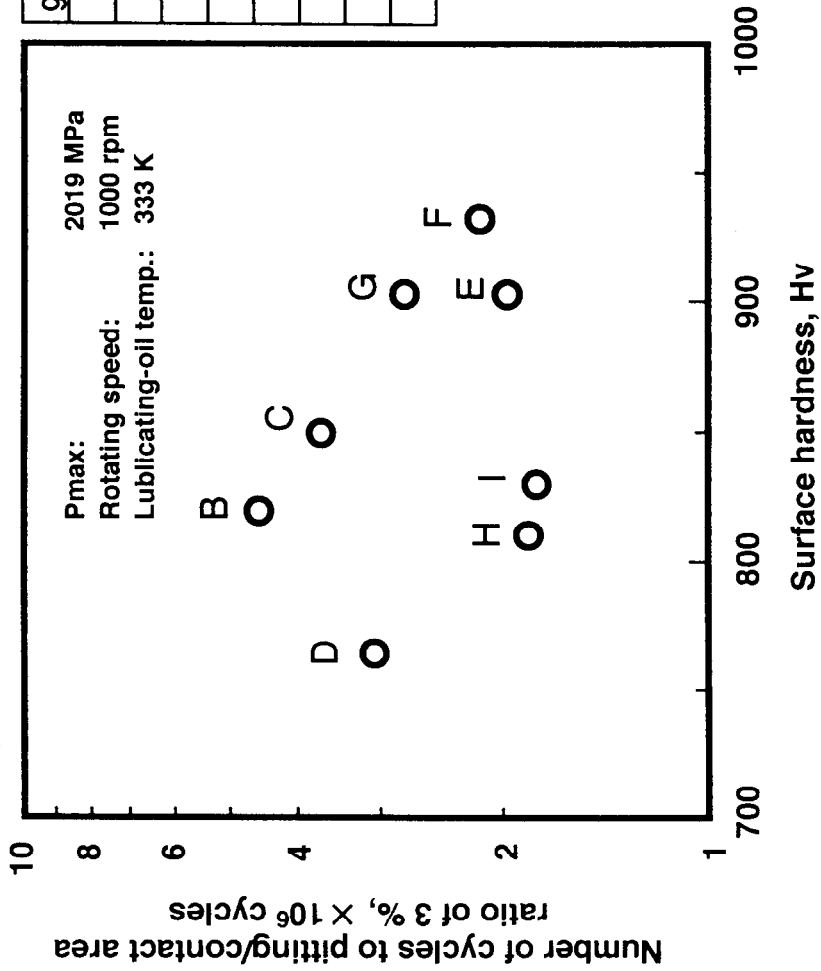
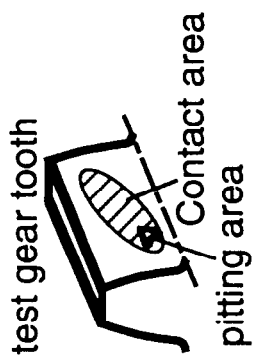
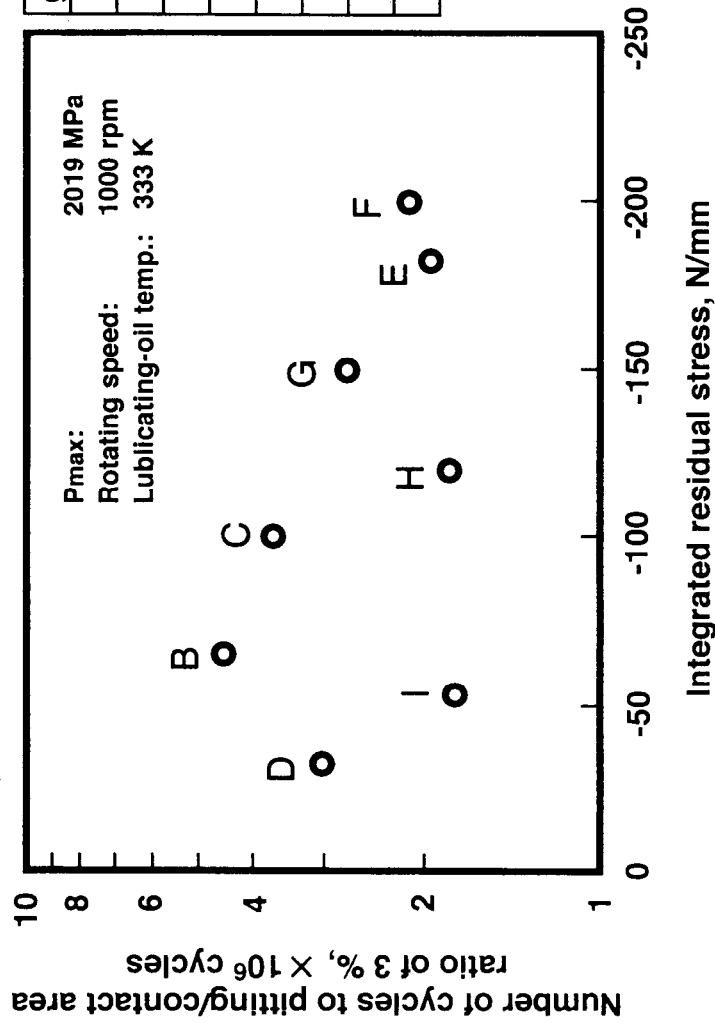
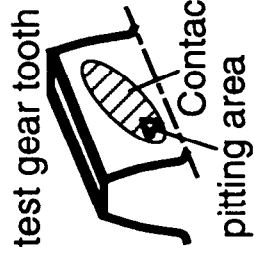


Fig. 2-6 Relationship between surface hardness and number of cycles to pitting/contact area ratio of 3% of each gear tested; pitting/contact area ratio means the ratio of the pitting area to the contact area in the test gear tooth.



gear	steel	heat-treatment	shot-peening
B	0.5Si-2Cr-0.4Mo	C	-
C	1Cr-0.4Mo	CN	-
D	0.3Si-1Cr-0.4V	CN	-
E	1Cr-0.4Mo	C	AH 1.0
F	1Cr-0.4Mo	C	AH 0.75
G	1Cr-0.4Mo	C	AH 0.1
H	0.1Si-1Cr-0.8Mo	C	-
I	1Cr-0.4Mo	C	-

C: Carburizing
 CN: Carbo-nitriding

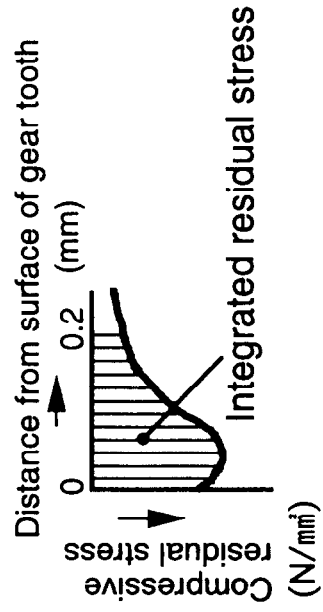


Fig. 2-7 Relationship between integrated residual stress and number of cycles to pitting/contact area ratio of 3% of each gear tested; pitting/contact area ratio means the ratio of the pitting area to the contact area in the test gear tooth.

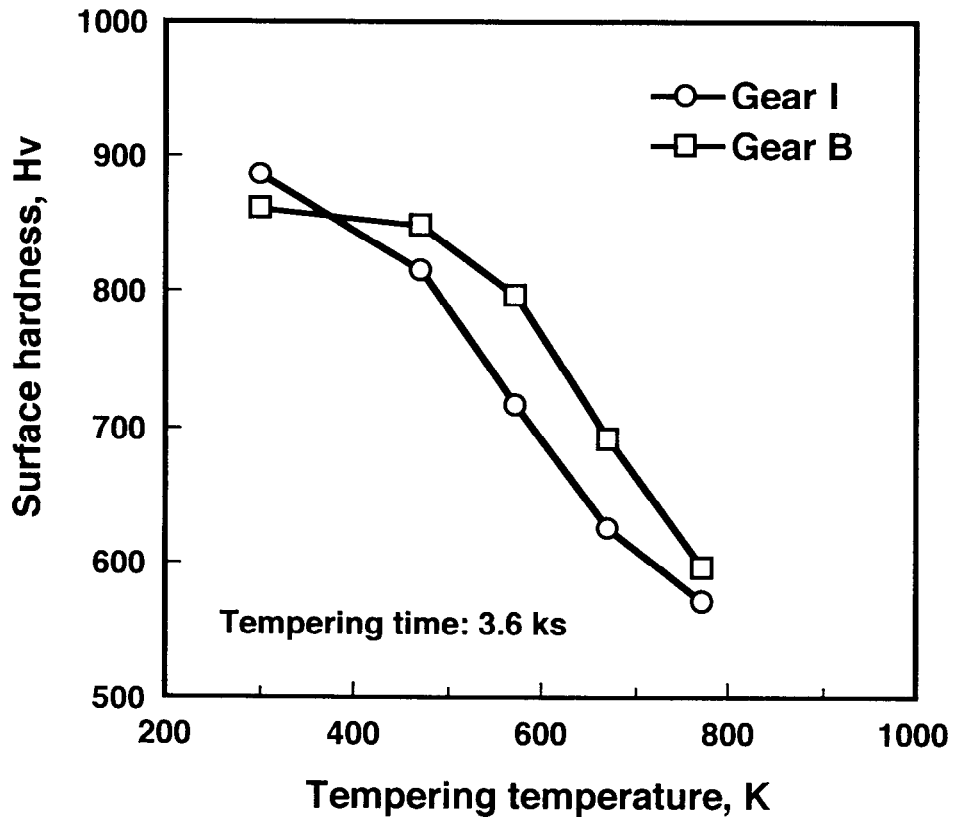


Fig. 2-8 Changes in surface hardness as a function of tempering temperatures after carburizing.

ティング寿命への影響が推察される。さらに、Fig. 2-9 は、ショットピーニングによって付与した圧縮残留応力値(表面下50 μm 位置)の加熱による減衰を調べた結果である。ショットピーニングを行っていない歯車、AH=0.75mmAのショットピーニングを行った歯車FおよびAH=1.0mmAのショットピーニングを行ったままの歯車Eについて、加熱温度を順次上昇させながら、各温度で5.4 ks 保持した後、室温にて前記と同様にX線回折法により測定した。測定位置は、最も圧縮残留応力値の高い歯車円筒部の深さ50 μm とした。初期の圧縮残留応力値が高いほど、加熱による減衰が著しく、573 K では初期の30%程度にまで減少することが分かった。この結果から、接触面での発熱によって歯面の圧縮残留応力が減衰していることが推測され、このことが、ショットピーニングを行っても寿命が向上しなかったこと、そしてピitting寿命と圧縮残留応力値との相関が明瞭に認められなかった主な原因と思われる。

残留オーステナイトの影響については、浸炭のみの処理で鋼種の異なる歯車B(0.5Si-2Cr-0.4Mo鋼), H(0.1Si-1Cr-0.8Mo鋼)およびI(0.05Si-1Cr-0.4Mo鋼)間で比較した。しかし、X線回折法[第三章, 補遺3A参照]により測定した表面の残留オーステナイト量は、最も少ない歯車Iで25%, 最も多かった歯車Hでも32%と大きな差がなかったため、その影響を明確にすることができなかった。

一方、歯車AのMoS₂ coating の効果については、歯面でのなじみを向上させ、接触面を平滑にすることによって、油膜厚さが増加した⁸⁾こと、そして、その結果として接触面での昇温が抑えられたことが考えられる。

Fig. 2-10 は、歯車B,C,D,HおよびIについて、573 K - 36 ks 焼戻した後の歯面の表面硬さとピitting寿命との関係を示したものである。ピitting寿命は、この焼戻し硬さと正の相関を示す傾向が認められることが分かった。

以上の結果より、接触面負荷の厳しい条件下での接触疲れは、接触面での473K~773Kの準高温での表面硬さに対する耐熱性、すなわち表面の焼戻軟化抵抗が重要な要因の一つである可能性のあることが分かった。

一方、従来から、ピitting強度評価指標として、ヘルツ面圧[補遺2A-2参照]、歯面粗さ、回転数、すべり速度などの要因を統合したD(Dawson)値⁹⁾による評価が提案されている。すなわち、P. H. Dawson⁹⁾は、二つの接触面の最大粗さの和 ΣH_{\max}

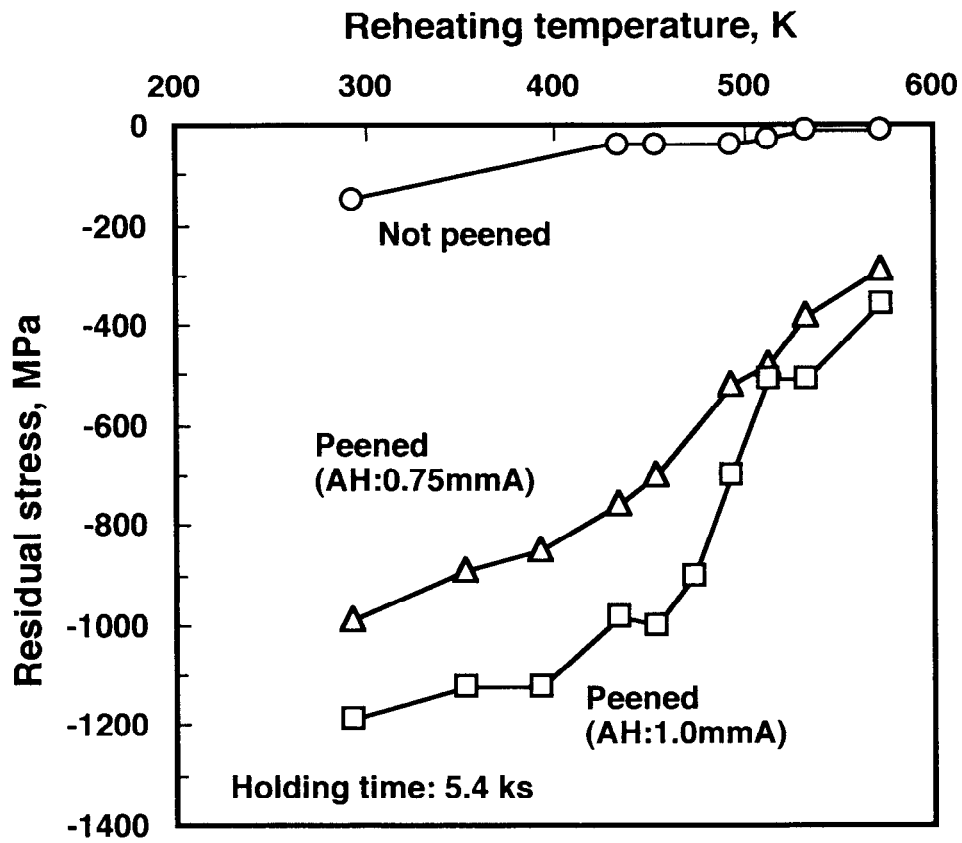
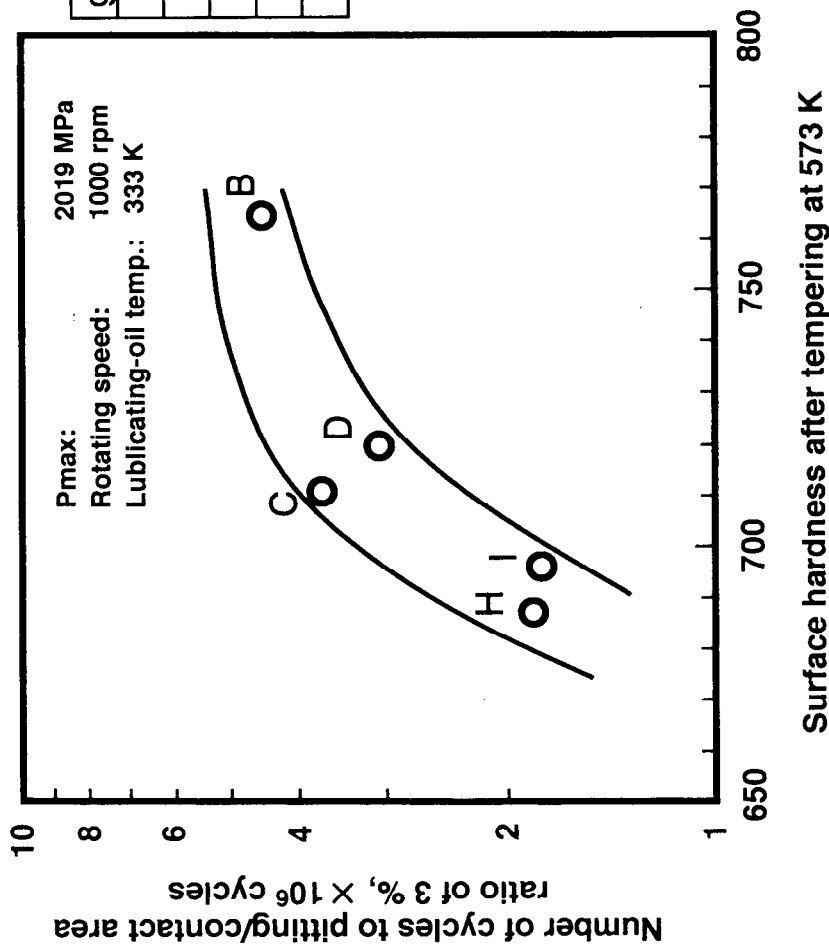
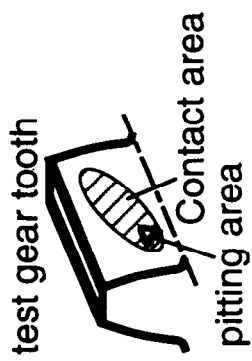


Fig. 2-9 Changes in residual stress (measured at 50 μ m from the surface) as a function of reheating temperature.



gear	steel	heat-treatment	shot-peening
B	0.5Si-2Cr-0.4Mo	C	-
C	1Cr-0.4Mo	CN	-
D	0.3Si-1Cr-0.4V	CN	-
H	0.1Si-1Cr-0.8Mo	C	-
I	1Cr-0.4Mo	C	-

C: Carburizing
 CN: Carbo-nitriding

Fig. 2-10 Relationship between surface hardness after tempering at 573 K for 36 ks and number of cycles to pitting/contact area ratio of 3% of each gear tested; pitting/contact area ratio means the ratio of the pitting area to the contact area in the test gear tooth.

と潤滑油の油膜厚さの最小値 h_{\min} の比をとり、

$$D = \Sigma H_{\max} / h_{\min} \quad [2-2]$$

とすると、ピitting寿命とD値(≥ 1 の場合)との間に負の関係、例えば歯車の回転数が100rpmの時、D値が100から10に減少するとピitting寿命は約8倍になることを報告している。油膜厚さの最小値 h_{\min} (mm)は、D. Dowson¹⁰⁾によると、弾性流体潤滑理論から次式で与えられる。

$$h_{\min} = 2.65 E'^{-0.03} (\omega)^{-0.13} R^{0.43} (\eta_0 u)^{0.7} \alpha^{0.54} \quad [2-3]$$

ここで、 E' (kg/mm²): 等価弾性係数、接触する二つの材料の弾性係数を E_1, E_2 , ポアソン比を ν_1, ν_2 とすると、

$$1/E' = 1/2 [(1-\nu_1^2)/E_1 + (1-\nu_2^2)/E_2]$$

ω (kgf/mm): 接触面の単位長さあたりの垂直荷重

R (mm): 相対曲率半径, $R=R_1R_2/(R_1+R_2)$

η_0 (kgfs/mm²): 1気圧, 試験温度における潤滑油の粘度

u (mm/s): 平均速度, $u = (u_1 + u_2)/2$

α (mm³/kgf): 潤滑油の粘度圧力指数

しかし、このような評価指標においても、前述したような近年の自動車用トランスミッションのように厳しい運転条件を再現した歯車試験では、明瞭な相関関係が見られず¹¹⁾、十分な指標になっていないことが報告されている。最近、鄧ら^{12,13)}は、ヘルツ面圧、すべり速度さらに歯面粗さを統合的に評価できる歯面温度に着目して、歯面噛み合い点直下の温度を熱電対を用いて実測し、AMGA(American Gear Manufactures Association)式¹⁴⁾による計算せん光温度上昇とよい対応関係にあることを示す共に、簡便的な歯面損傷の評価指標として有効であることを見出した。歯

形形状，歯面粗さおよび潤滑状況が歯面温度の低減に大きく影響することもほぼ確認できている。

しかし，歯面温度上昇に基づく材料強度の低下に関係する特性をいかに評価するかは難しい課題¹⁴⁾として残されている。材料における接触疲れ強さを簡便に評価できる指標を見いだせたなら，歯車材料および表面硬化熱処理をも含めた歯車設計が，これまでの試作と歯車試験の繰り返しによる試行錯誤から大きく飛躍し，トランスミッション・ユニットの開発期間の短縮と開発資源の削減が期待できる。

4. 結 言

Cr-MoおよびCr-V鋼を用い，種々の表面処理を行ったモジュール3.87のはずば歯車を試作し，動力循環式歯車試験を行った。歯面のピitting寿命に及ぼす主要因を検討した結果，以下のことが分かった。

- (1) 接触面負荷の厳しい条件下では，表面硬さ，圧縮残留応力のいずれもピitting寿命を支配するほどの要因ではない。
- (2) 接触面負荷の厳しい条件下での接触疲れは，接触面での573 Kでの耐熱性，すなわち焼戻軟化抵抗が重要な要因となる可能性がある。

以上の結果に基づいて，本研究では，接触疲れ特性については，Fig. 2-2 に示した要因のうち，接触面での発熱による表面硬化層の軟化に対する抵抗の指標として，焼戻軟化特性をとり上げ，この特性に着目した検討を中心に行うこととした。

参考文献

- 1) 内藤武志：浸炭焼入れの実際，日刊工業新聞社 (1981), 217.
- 2) 小泉 晋：歯車とホブ作業，177.
- 3) 技術資料 歯車強さ設計資料，日本機械学会編 (1979), 137.
- 4) 藤田公明，吉田 彰，小幡文雄，安部克由：日本機械学会論文集 C, 45 (1979) 396, 945.
- 5) 技術資料 歯車強さ設計資料，日本機械学会編 (1979), 49.
- 6) 内藤武志：浸炭焼入れの実際，日刊工業新聞社，(1981), 232.
- 7) 花井：小松技報，23 (1977) 2, 1.
- 8) Y. Terauchi, H. Nadano, M. Kohno: Journal of Mechanisms, Transmissions, and Automation in Design, 108, March 1986, 127.
- 9) Dawson, P. H., *Proc. on Elasto-hydrodynamic lubrication*, 180-Pt. 3B (1965 ~1966), 95, IME.
- 10) Dowson, D., *ASME Boundary lubrication*, (1969), 233, United Engineering Center.
- 11) 例えば，大同特殊鋼(株)，社内資料(構材研資92-25).
- 12) 鄧 鋼，丸山 昇，森川邦彦，人見宣輝，加藤正名：日本機械学会論文集 C, 60 (1994) 570, 675.
- 13) Deng, G., Kato, M., Maruyama, N., Morikawa, K., Hitomi, N.: Transactions of the ASME, 117 (1995), 476.
- 14) AGMA Information Sheet 217.01, (1965).
- 15) 日本機械学会，研究報告書「RC 伝動装置の現在技術の限界とその克服に関する調査研究分科会」，1997, 171.

補遺2A-1 残留応力の測定

本研究では、試料を電解研磨によって深さ方向に研磨除去し、X線回折方法により深さ方向の残留応力分布を測定した。X線回折による残留応力測定の原理^{2A-1-1)}及び測定方法の概略を述べる。

一般に、金属材料にある波長 λ の特性X線が照射されると、

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad [2A-1-1]$$

なるブラッグの回折条件を満足する結晶格子面でX線の回折が生じる。材料に何らかの力が作用すると格子面間隔 d にわずかな変位 Δd が生じて、回折角 θ にも $\Delta \theta$ の変化が生じる。[2A-1-1]式を微分すると下記の式が得られ、格子面間隔の変化 ε が求められる。

$$\Delta d / d = -\cot \theta \Delta \theta \quad [2A-1-2]$$

ここで、歪みのない状態の格子面間隔を d_0 、回折角を θ_0 、および回折面法線方向と試料面法線方向との角度を ψ Xとすると、測定される回折面法線方向の歪み $\varepsilon \phi$ Xは下記式で近似できる。

$$\varepsilon \phi X = (\Delta d / d_0) \phi X = -\cot \theta_0 (\theta \phi X - \theta_0) \quad [2A-1-3]$$

X線の浸入深さは数 $10 \mu\text{m}$ 程度であり、平面応力状態であるとみなせるため、応力と歪みの関係式から下記式が得られる。

$$\varepsilon \phi X = ((1+\nu)/E) \sigma X \sin 2\psi - (\nu/E)(\sigma_1 + \sigma_2) \quad [2A-1-4]$$

[2A-1-4]式を $\sin 2\psi$ に関して偏微分すると下記の応力を求める式が得られる。

$$\sigma X = -E/2(1+\nu) \cdot \cot \theta_0 \cdot (\pi/180) \cdot (\delta(2\theta \phi X) / \delta(\sin 2\psi)) \quad [2A-1-5]$$

本研究においては、理学電機製微小焦点X線応力測定装置 (PSPC-MSF型) を用いた。ターゲットはCrとし、Cr-K α 線 (Vフィルター使用) を用いた。基本的には、X線入射角(ψ)を変化させ、 α -Feの回折ピーク(2θ)を求め、 $2\theta - \sin 2\psi$ の勾配を計算することで応力値を求めた。

[2A-1-5]式より

$$\begin{aligned}\sigma &= K \cdot (\delta(2\theta) / \delta(\sin 2\psi)) \\ &= K \cdot M\end{aligned}$$

ここで、Kは下記値を採用した場合、 $K = -32.44 \text{ kgf/mm}^2 / \text{deg}$ である。

E : ヤング率 = 21000 kgf/mm^2

ν : ポアソン比 = 0.28

θ_0 : 78.2 deg

(日本材料学会 : X線材料強度専門部会, X線応力測定方法による)

また、Mは下記の値を用い、最小自乗法により計算した。

2θ : α -Fe(211)回折ピーク位置

・・・各X線入射角にて半値幅中点法により求めた。

ψ : X線入射角・・・0~45 degの範囲を5 deg間隔で設定した。

補遺2A-2 ヘルツ面圧

ヘルツ(Hertz)は、接触面は、点あるいは線状の接触であるが、互いに偏平化したある大きさを持つ接触域という概念を導入し、接触面上に分布する応力分布に関する理論を提唱した。本理論によれば、接触面に垂直方向の接触圧力(ヘルツ面圧)pは、点接触および線接触の場合、Table 2A-2-1のように表される。

本研究における歯車の歯面および後述する二円筒式ローラーピッチング試験においては、接触面は点接触と見なすことができるため、接触面はだ円となり、Table 2A-2-1の左に示されるような応力分布となる。このときのヘルツの最大接触圧力 p_{\max} は、 $(x, y) = (0, 0)$ に存在し、次のように表される。

$$p_{\max} = 3P / (2\pi ab) \quad [2A-2-1]$$

$$a = \mu [3P(\theta_1 + \theta_2) / (2\Sigma\rho)]^{-1/3} \quad [2A-2-2]$$

$$b = \nu [3P(\theta_1 + \theta_2) / (2\Sigma\rho)]^{-1/3} \quad [2A-2-3]$$

θ_1 : 弾性体1の弾性定数, θ_2 : 弾性体2の弾性定数

Table 2A-2-1 Elastic contact.

	Point contact	Line contact
Schematic view		
Contact plane and stress distribution		
Hertz's formula	$p = \frac{3P\sqrt{1 - (x^2/a^2) - (y^2/b^2)}}{2\pi ab}$	$p = \frac{2P\sqrt{1 - (y^2/b^2)}}{\pi \ell b}$

μ : 剛性率

ν : ポアソン比

P : 荷重

鋼と鋼の接触の場合,

$$\theta_1 = \theta_2 = 21000 \text{ kg/mm}^2$$

$$\nu = 0.3$$

これらを, [2A-2-1], [2A-2-2], [2A-2-3]式に代入すると,

$$p_{\max} = 3P / (2\pi ab) = 188 [P(\Sigma \rho)]^{-1/3} / \mu \nu \quad [2A-2-4]$$

ここで, $\mu \nu$ は, 次式で表される補助変数 $\cos \tau$ と μ, ν に関する係数表 Table 2A-2-2^{2A-2-1)} とから求まる.

$$\cos \tau = [(\rho_{11} - \rho_{12})^2 + 2(\rho_{11} - \rho_{12})(\rho_{21} - \rho_{22})\cos 2\omega + (\rho_{21} - \rho_{22})^2]^{-1/2} / \Sigma \rho$$

ω : ρ_{11} を含む平面と ρ_{21} を含む平面とのなす角 (= 90 deg.)

[2A-2-5]

(参考文献)

2A-1-1) 日本材料学会, X線材料強度部門委員会, X線応力測定基準, (1982), 1.

2A-2-1) 軸受潤滑便覧: 軸受潤滑便覧編集委員会編, 日刊工業新聞社 (1961), 230.

Table 2A-2-2 Numerical factors of $\cos \tau$, μ and ν .

COS τ	μ	ν	$\mu \nu$
0.908	3.20	0.452	1.45
0.906	3.17	0.455	1.44
0.904	3.15	0.456	1.44
0.902	3.12	0.459	1.43
0.900	3.09	0.461	1.42
0.895	3.03	0.466	1.41
0.890	2.97	0.471	1.40
0.885	2.92	0.476	1.39
0.880	2.86	0.481	1.38
0.875	2.82	0.485	1.37
0.870	2.77	0.490	1.36
0.865	2.72	0.494	1.35
0.860	2.68	0.498	1.34
0.855	2.64	0.502	1.33
0.850	2.60	0.507	1.32
0.84	2.53	0.515	1.30
0.83	2.46	0.523	1.29
0.82	2.40	0.530	1.27
0.81	2.35	0.537	1.26
0.80	2.30	0.544	1.25
0.75	2.07	0.577	1.20
0.70	1.91	0.607	1.16
0.65	1.77	0.637	1.13
0.60	1.66	0.664	1.10
0.55	1.57	0.690	1.08

第三章 浸炭窒化焼入れした鋼の焼戻軟化抵抗に及ぼすCr量の影響

1. 緒言

自動車用歯車は、歯面の接触疲れ強さだけでなく、歯元強さとして、回転曲げ疲れ強さおよび衝撃強さが要求されるため、表面硬さだけでなく、硬化深さならびに芯部強さが重要となり、Cr含有鋼をベースとした低合金鋼が最もよく採用されている。例えば、浸炭歯車用鋼では、1mass%Crを含有する鋼が最も広く採用されており、JIS規格のSCr415鋼やSCr420鋼に代表されるSCr材、Cr-Mo鋼ではSCM材、そして最近では低コスト化、省資源化から減少傾向にあるが、Ni-Cr-Mo鋼(SNCM材)などが特によく知られている。当然このような実用材料は、焼入性においても優れている。

しかし、浸炭窒化焼入れ(以下単に、浸炭窒化)は、第一章でも述べたように、窒素量の増加により、焼入性が改善されることを利用して、浸炭焼入れ(以下単に、浸炭)では十分な硬さの得られない炭素鋼を中心に、表面硬さを向上させる¹⁾ことを主な目的として適用されている場合が多い。窒素はこのように焼入性を向上させる他、焼戻軟化抵抗を向上させると言われている²⁾が、窒素による焼戻軟化抵抗に関する定量的なデータは少なく、焼戻軟化抵抗に着目した浸炭窒化の適用例も少ない。

一方、すでに述べたように、近年の自動車においては、エンジンの高出力化や部品の小型化に伴い、浸炭歯車に代表される動力伝達部品の、接触面での耐ピitting性や耐摩耗性など接触疲れ強さの大幅な向上が望まれている。高面圧下での接触疲れ寿命を向上させるには、表面硬さを向上させるだけでなく、疲れの進行過程での、473K~723K程度の発熱による軟化を制すること、すなわち、焼戻軟化抵抗を高めることが有効であると思われる。第二章では、動力循環式歯車試験結果³⁾から、歯面のピitting寿命が、573Kでの焼戻し後の表面硬さと正の相関傾向のあることを述べた。

焼戻軟化抵抗は、セメントタイトの凝集粗大化による軟化を遅延させるCr添加によって向上する⁴⁾ことはよく知られている。しかし、浸炭窒化による向上効果が、母材へのCr添加以上に優れたものであれば、鋼材のコストや切削加工性にとっては好ましく

ないCrを増量させることなく、必要とされる表層部のみ強化が図れる浸炭窒化は、工業上きわめて有益と言える。

本章では、以上のような観点に立ち、Cr量の異なる鋼を用い、焼戻軟化抵抗に対する、浸炭窒化による効果および浸炭窒化とCr添加の複合効果について、浸炭との比較により検討を行った。

2. 実験方法

供試鋼の化学成分の分析結果をTable 3-1に示す。すなわち、本章では、JIS SCr415鋼およびSCr415鋼をベースに約0.2mass%Vを添加すると共に、Cr量を約1%から約3%まで変化させたA鋼～D鋼を用いた。なお、Vは、窒化用鋼における代表的な添加元素であり、窒化時の表面硬さおよび硬化深さの両方に効果があるとされる⁵⁾ため、本研究では浸炭窒化深さを安定的に深くする目的で、またV系炭化物(主にVC)による効果をも調べる目的で添加した。

これら材料の棒鋼から削りだしたφ20mm×約80mmの丸棒を試験片とした。浸炭窒化処理は、搬送ガス(ここではRXガス^{註1)}を使用、7m³/hr)と共に平衡炭素濃度(通常、炭素ポテンシャル、Carbon Potential, 以下CPと略記)値が0.8%に調整^{註2)}された1203 Kのガス雰囲気にて3.6ks処理後、1143Kに降温しNH₃ガス(0.3m³/hr)を加えた混合ガス雰囲気にて1.8ks浸炭窒化処理を行い、その後353Kの油に焼入れした。浸炭条件は、NH₃ガスを流入させない以外すべて浸炭窒化と同一とした。このようにして得られた試験片から小片を切り出し、573 K, 673 K, 723 K, 773 Kおよび823 Kの各温度にて3.6ksの焼戻しを行った。

焼入れたままおよび種々の温度で焼戻した小片について、硬化層のミクロ組織を光

^{註1}RXガス：プロパン、ブタンおよび天然ガスを原料として、空気と共に1273～1373 Kに加熱させて吸熱型ガス(endothermic gas)に変成させたもの。RXは、Surface combustion Co.の商品名で、このガスはキャリアガスとして最も普及している。

^{註2}調整：C+1/2 O₂=CO (C:鋼中C)の反応に基づいて、O₂センサーを用いた起電力の測定によりO₂分圧を制御することによってオーステナイト中のC活量を調整した。調整用のエンリッチガスは、ブタン(C₄H₁₀)を用いた。

Table 3-1 Chemical compositions of steels investigated (mass%).

Steels	C	Si	Mn	P	S	Cr	V	T-Al	N	O
JIS SCr415	0.15	0.28	0.74	0.020	0.019	0.98	-	0.023	0.0036	0.0014
A	0.15	0.52	0.96	0.020	0.019	0.98	0.19	0.023	0.0040	0.0017
B	0.14	0.51	0.95	0.021	0.019	1.97	0.20	0.025	0.0038	0.0019
C	0.14	0.52	0.95	0.021	0.019	2.45	0.20	0.026	0.0040	0.0009
D	0.14	0.51	0.96	0.021	0.019	2.97	0.20	0.026	0.0043	0.0011

学顕微鏡観察すると共に、硬さの測定を行った。硬さ測定は、マイクロビッカース硬さ計を用い、荷重0.98Nにて行った。炭素、窒素分布はX線マイクロアナライザー(EPMA, JEOL JXA-8600, 分光結晶: 炭素検出用としてNSTE, 窒素検出用としてJDE1, ビーム径: $\phi 50 \mu\text{m}$)により調べたが、窒素の定量値については、検量線の内挿範囲外であったため参考値とした。また、一部X線ディフラクトメーターによる表層部の析出相の同定、また、最表面および深部のマルテンサイトの格子定数の精密測定も行った。

3. 実験結果

3. 1 炭素および窒素濃度分布とマイクロ組織

JIS SCr415鋼およびD鋼を例に、浸炭窒化層断面の炭素、窒素分布をFig. 3-1 (a), (b)に示す。SCr415鋼での炭素の最大量は、0.62% (X線強度:3.94kcps)であり、窒素の最大量は、約0.2%(X線強度:0.736kcps)である。また窒素は、深さ約0.5mmまで侵入している。Cr量の最も多いD鋼では、最大炭素量は0.66%とわずかに増加している程度であるが、最大窒素量が約0.4% (X線強度:0.925kcps)と極度に多くなっていた。窒素の侵入深さは約0.5mmと特に差異は見られない。なお、Cr量が約1%のA鋼は、SCr415鋼とほぼ同じ炭素、窒素分布であった。

焼入れままの表層部について、光学顕微鏡により観察した組織(2%ナイトールエッチング処理後)を、SCr415鋼およびD鋼を例にFig. 3-2 に示す。浸炭では、SCr415鋼で粒界酸化およびそれに伴う不完全焼入層が深さ約 $25 \mu\text{m}$ まで認められるが、Cr含有量の多いD鋼においては粒界酸化は認められるものの不完全焼入層はほとんど見られない。これは、粒界酸化を生じてもCrが十分存在するD鋼では周辺の焼入性がさほど低下していないためであると考えられる。一方、浸炭窒化においては、両鋼ともに粒界酸化は認められるが、窒素によって焼入性が向上しているため、粒界酸化に伴う不完全焼入層はSCr415鋼でもかなり減少している。また、D鋼の浸炭窒化では、50%以上と思われる極めて多量の残留オーステナイトが認められる。Fig. 3-3 は、SCr415鋼の焼入れままの表層部の残留オーステナイト量をX線回折法により測定し、浸炭

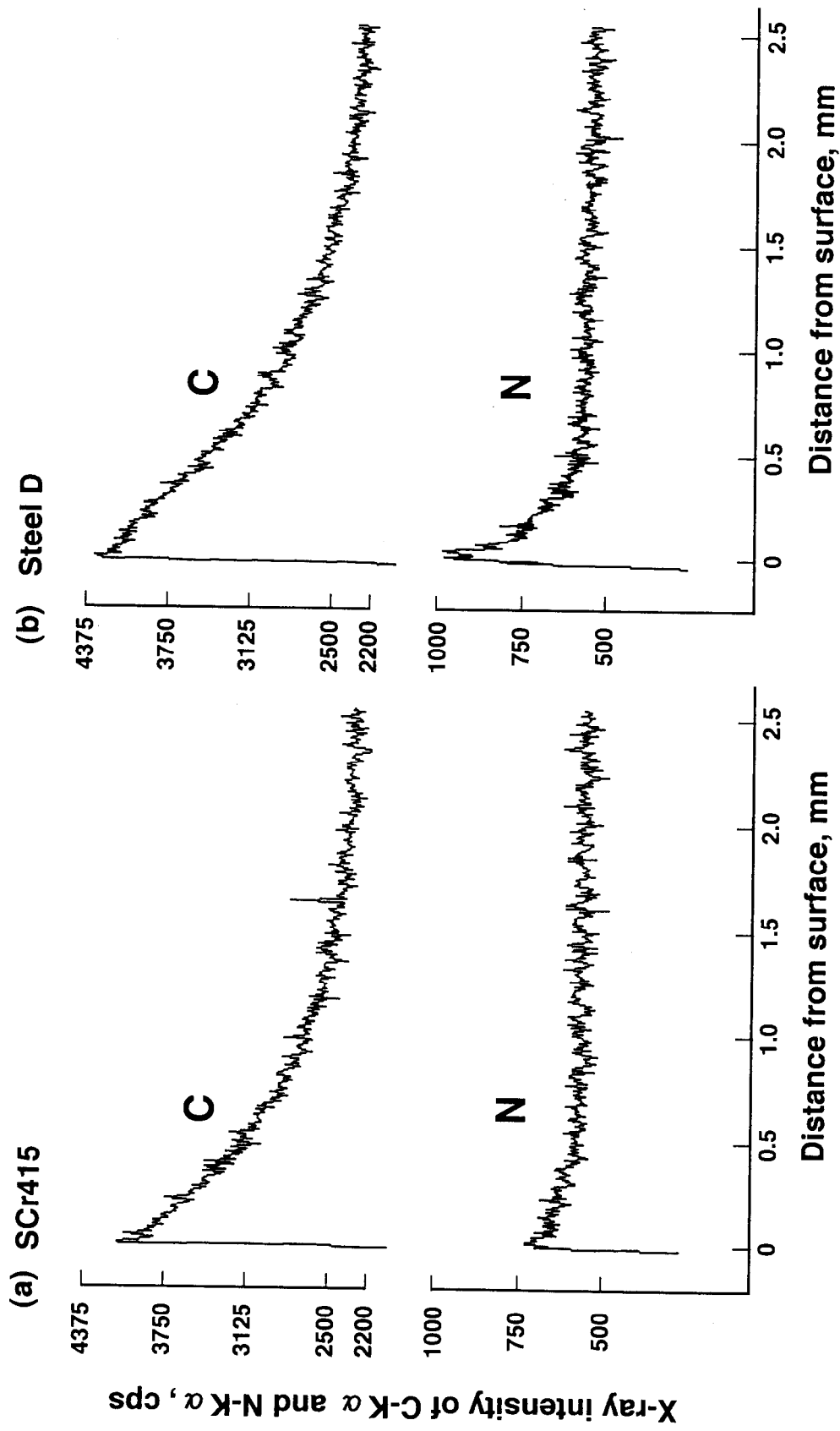
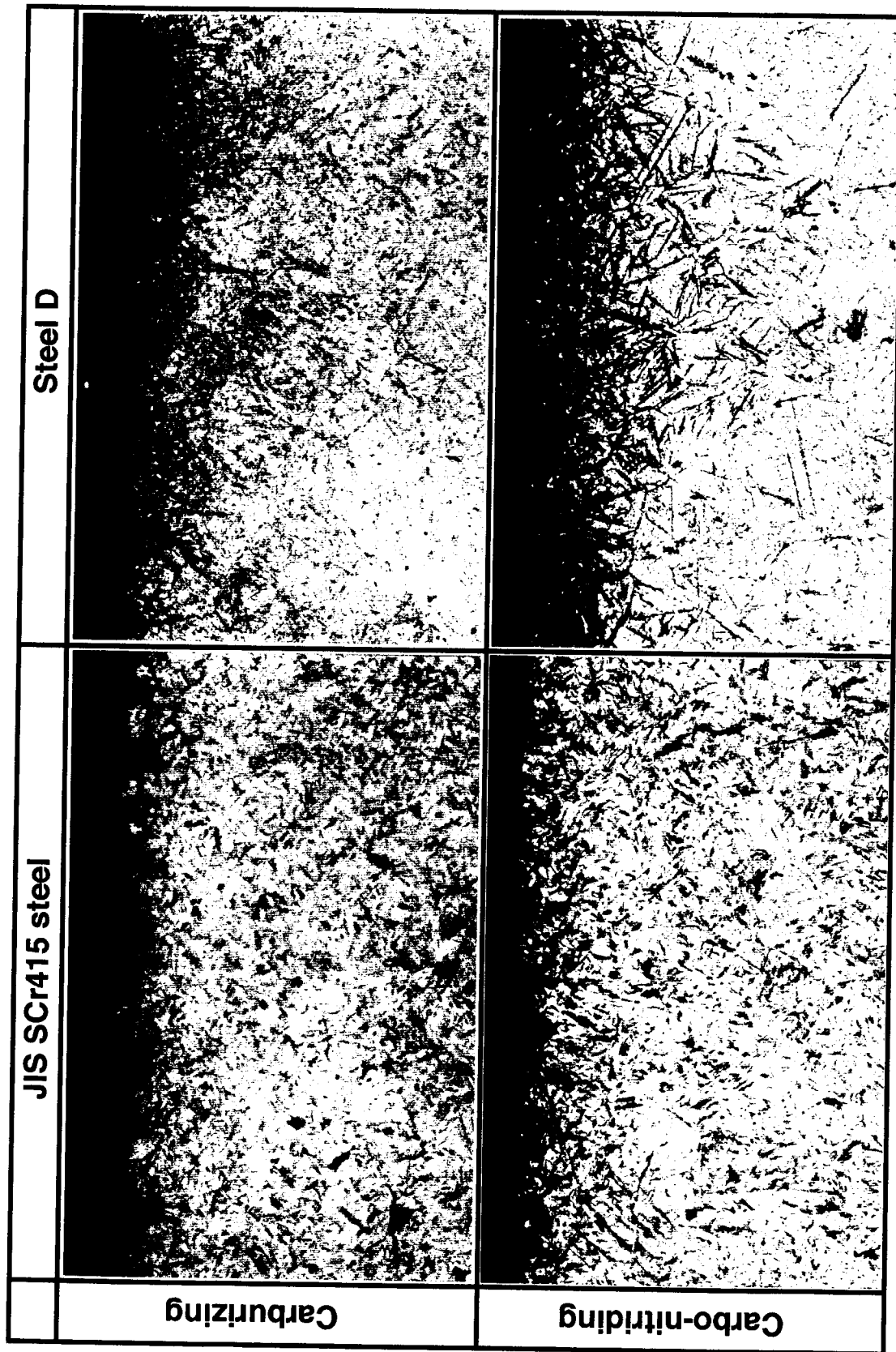


Fig. 3-1 Carbon and nitrogen profiles of carbo-nitrided steels; (a) JIS SCr415 steel, (b) steel D.



50 μm

Fig. 3-2 Optical micrographs of the cross sectional surface layers of as-quenched JIS SCr415 steel and steel D (2% nital-etched).

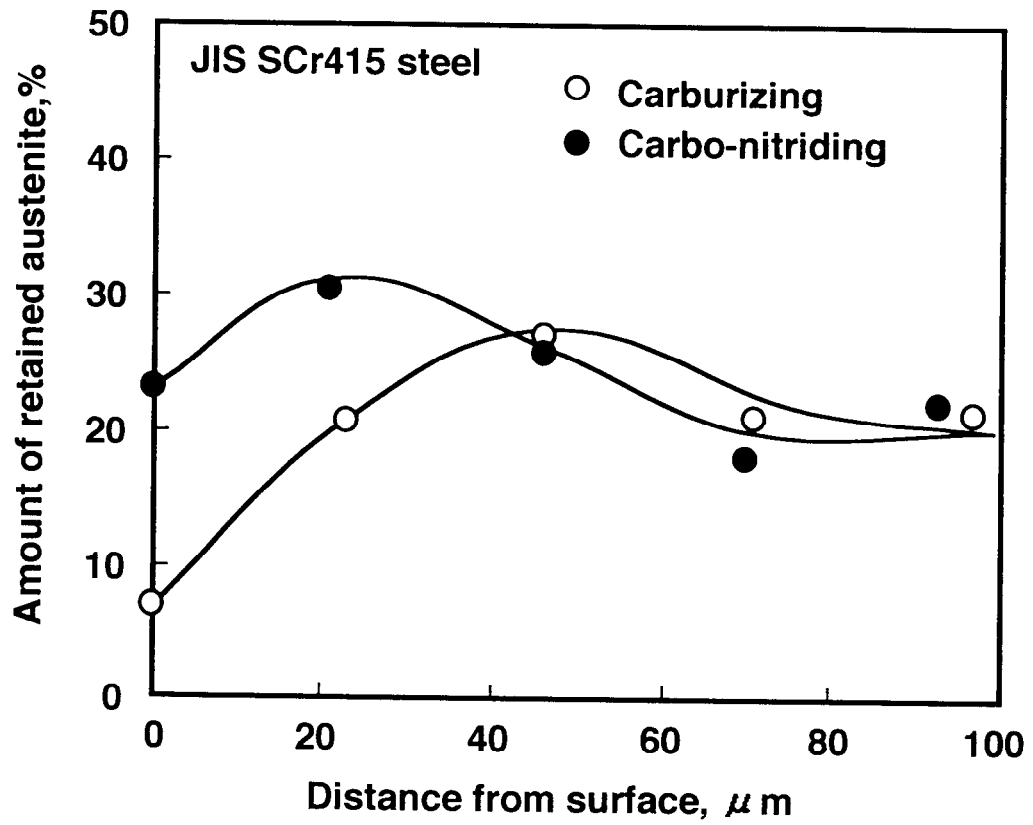


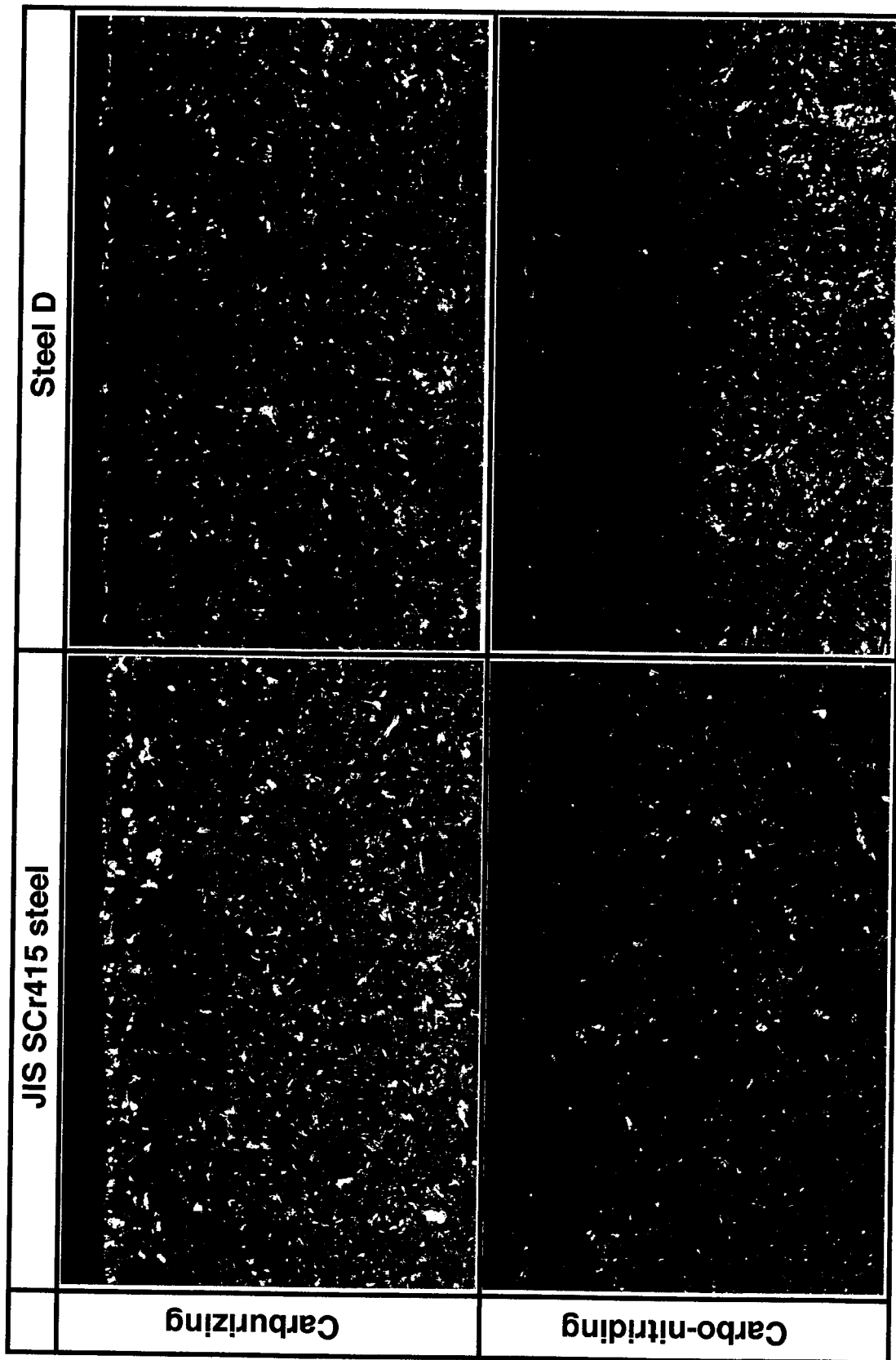
Fig. 3-3 Distribution of retained austenite in carburized and carbo-nitrided layers (SCr415 steel).

と浸炭窒化とで比較した結果である。測定は、微小焦点型X線回折装置(理学電機, PSPC-MSF型, Cr-K α 線)を用い, α (211)および γ (220)回折強度から求めた[補遺3A参照]。浸炭窒化層の残留オーステナイト量は, 表面約22%, 最高約30%であり, 深さ約50 μ mまで浸炭より増加している。これは窒素の固溶によりマルテンサイト変態開始温度が(Ms温度)低下し, これに伴いマルテンサイト変態終了温度(Mf温度)が冷媒温度以下にまで低下したことによる。D鋼の浸炭窒化層において多量の残留オーステナイトが認められたのは, この窒素の他, 約3%ものCrを含有していることによる。また, ごく表層部が黒くエッチングされているのは, 主に1113Kでの浸炭窒化中に析出した粒状CrN⁶⁾の存在によると思われる。D鋼において最高窒素量が最も高かったのは, 母材Cr量が約3%と最も多いためCrNがより多く析出し, 窒素を多く取り込んだためと考えられる。

Fig. 3-4 は, 823 Kにて焼戻したSCr415鋼およびD鋼の表層部について光学顕微鏡観察した組織である。この焼戻温度では, いわゆる焼戻しの第3段階に入っており, 浸炭材では, 両鋼, 特にSCr415鋼でマルテンサイト(α')がフェライト(α)へ変化していることが認められる。浸炭窒化においては, 両鋼共に浸炭に比べエッチングの進行が速く, より黒い組織となっている。これは, 焼戻過程でセメンタイト(θ -Fe₃C)のほか, 窒化物あるいは炭窒化物が析出していることを示唆している。なお, 823 Kの焼戻後も炭素, 窒素分布に変化は認められなかった。

3. 2 浸炭窒化した鋼の焼戻軟化特性

焼入れままおよび種々の温度で焼戻した後の表面からの硬さ分布を, SCr415鋼を例に, 浸炭および浸炭窒化材各々についてFig. 3-5 (a), (b)に示す。浸炭材と浸炭窒化材とを比較すると, まず焼入れままの硬さは, 浸炭窒化の方が深さ約0.8mmまで高くなっている。特に浸炭窒化における表面硬さ(ここでは深さ50 μ m位置)は, 残留オーステナイト量が浸炭と同程度(約25%)であるにもかかわらず, 約40Hvも向上している。これは主に窒素の固溶によるマルテンサイト硬さの向上⁷⁾によると思われる。焼戻後は, 焼入れままに対し軟化しているが, いずれの温度の場合も, やはり浸炭窒化の方が高く, その深さは窒素の侵入している深さ約0.5mmにまで到っている。



50 μ m

Fig. 3-4 Optical micrographs of the cross sectional surface layers of the specimens tempered at 823 K for 3.6 ks (2% nital-etched).

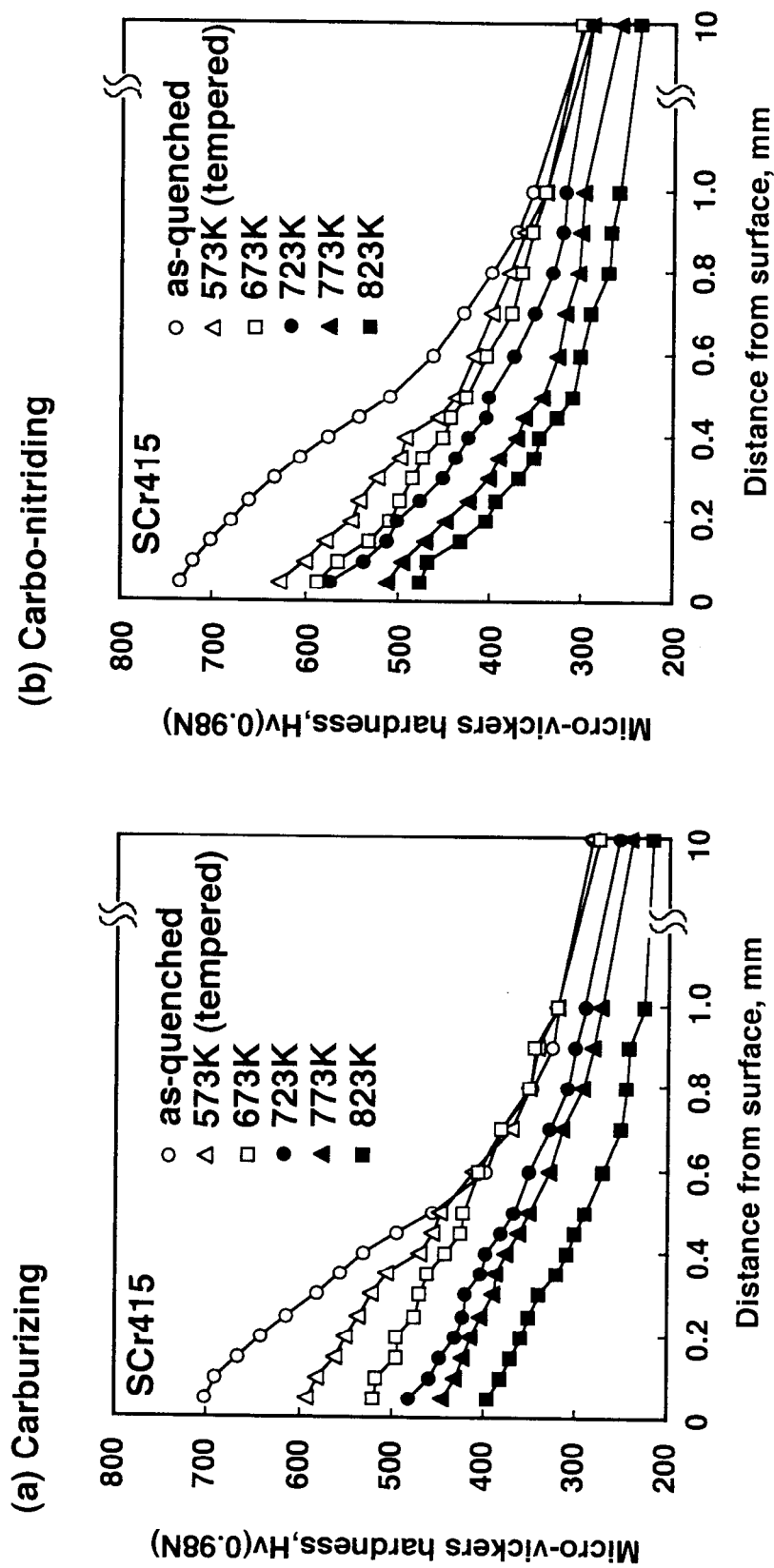


Fig. 3-5 Hardness profiles of as-quenched specimens and specimens tempered at various temperatures;
 (a) carburizing, (b) carbo-nitriding.

焼戻しによる軟化の程度，すなわち焼戻軟化抵抗を検討するため，焼入れたままの最高硬さ(表面硬さ)から焼戻した後の最高硬さへの変化量(ΔH_v)を調べた．すなわち， $\Delta H_v = (\text{焼戻後の最高硬さ}) - (\text{焼入れままの最高硬さ})$ となり， ΔH_v 値が大きい程(すなわち，ここでは $|\Delta H_v|$ が小さい程)，焼戻軟化抵抗が高いことを意味する．Fig. 3-6は， ΔH_v 値をSCr415鋼について，浸炭と浸炭窒化材について比較したものである．823 Kでの焼戻においても，浸炭窒化は浸炭より ΔH_v 値が約50Hvも大きく，優れた焼戻軟化抵抗を示すことが判明した．

3. 3 浸炭窒化した鋼の焼戻軟化抵抗に及ぼすCrの影響

A鋼～D鋼の浸炭および浸炭窒化層について，種々の焼戻温度での ΔH_v を比較したのが，Fig. 3-7 (a), (b)である．浸炭の場合，D(3%Cr添加)鋼が，573K以上において格段に高い軟化抵抗を示している．これに比べれば，その他の鋼種で大きな差異は見られない．すなわち，浸炭材におけるCr添加の焼戻軟化抵抗への効果は，母材Cr量が約3%で初めて明瞭になる．一方，浸炭窒化した場合，D鋼は，浸炭の場合と比べ大きな差異は見られない．しかし，A鋼～C鋼は，SCr415鋼の場合と同様に，浸炭材に比べ，いずれの温度の焼戻しにおいても，軟化抵抗が明らかに向上しており，D鋼との差異が小さくなっている．すなわち，浸炭窒化材では，Cr含有量が少なく焼戻軟化抵抗の低い鋼は，窒素添加により焼戻軟化抵抗が大きく向上し，約3%のCrを含有する鋼は母材自身の焼戻軟化抵抗が優れるためさほど向上しないと考えられる．言い換えると，本研究における浸炭窒化(約0.2%N)で得られる焼戻軟化抵抗を得るには，浸炭のみの材料では母材にCrを2.5%～3%程度添加する必要があると言える．なお，浸炭したA鋼と前述したSCr415鋼との比較から，約0.2%のSi増量およびV添加は，焼戻軟化抵抗の向上にほとんど寄与していないことが分かる．

次に，浸炭材と浸炭窒化材の焼戻後の硬さ(以下，焼戻硬さ)の比較を行った．Fig. 3-8は，焼入れままの硬さおよび823 Kでの焼戻硬さに及ぼすCr量の影響を，浸炭材と浸炭窒化材とで比較したものである．いずれも5点から10点の測定値の平均値を示す．浸炭では，Cr量の増加と共に焼戻硬さが向上している．これは，Crが約2.5%までは，Crの増加と共に焼入れままの硬さが向上するためであり，約3%Crの場合は高

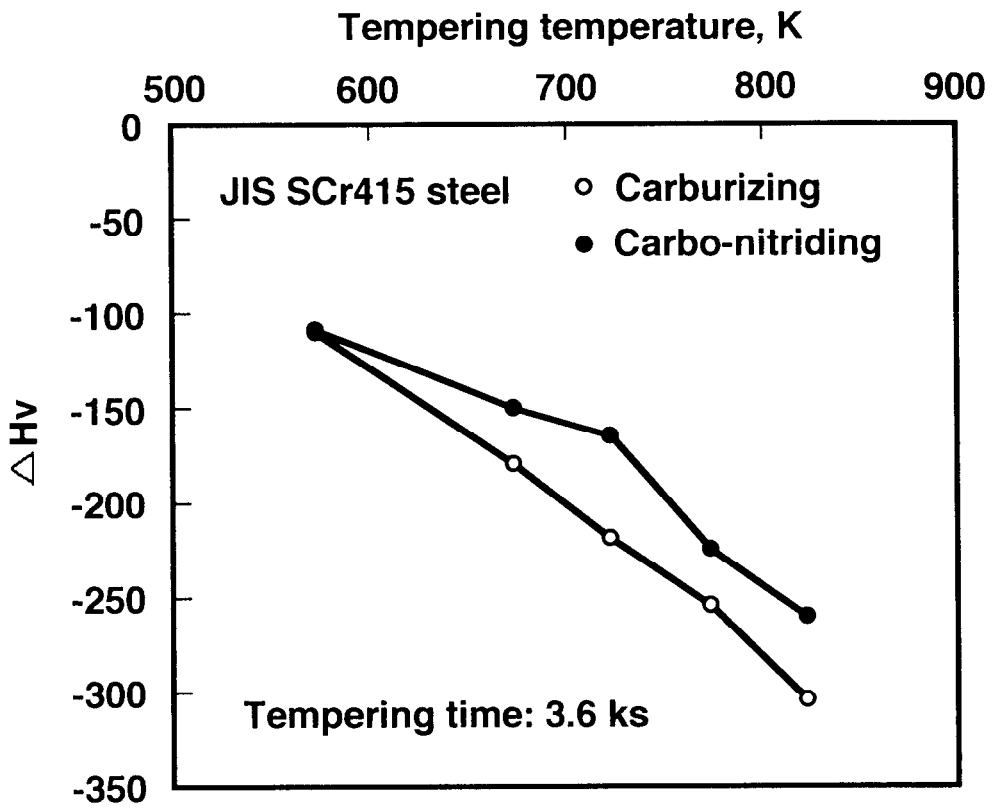


Fig. 3-6 Relationship between softening during tempering ΔH_v and tempering temperatures (SCr415 steel).

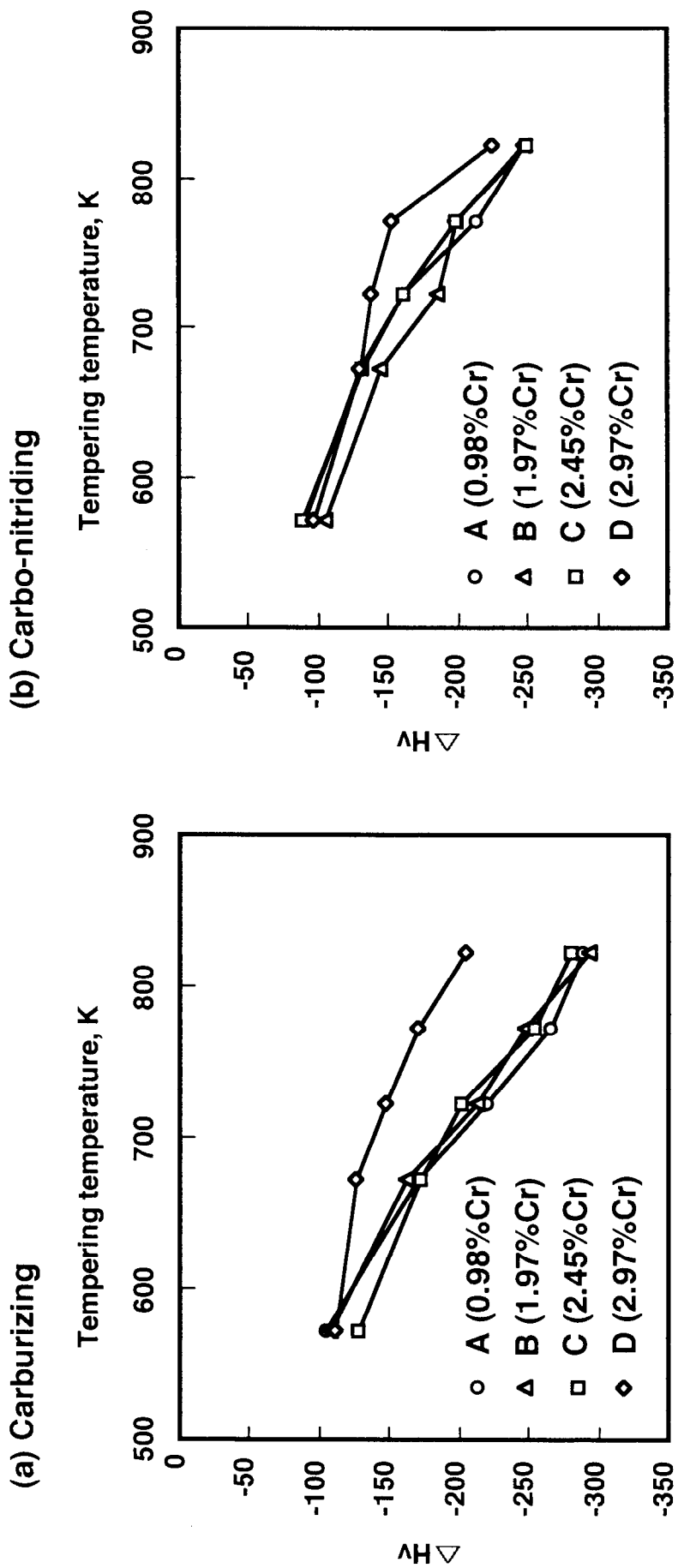


Fig. 3-7 Relationship between softening of steels with various Cr contents during tempering and tempering temperatures: (a) carburizing, (b) carbo-nitriding.

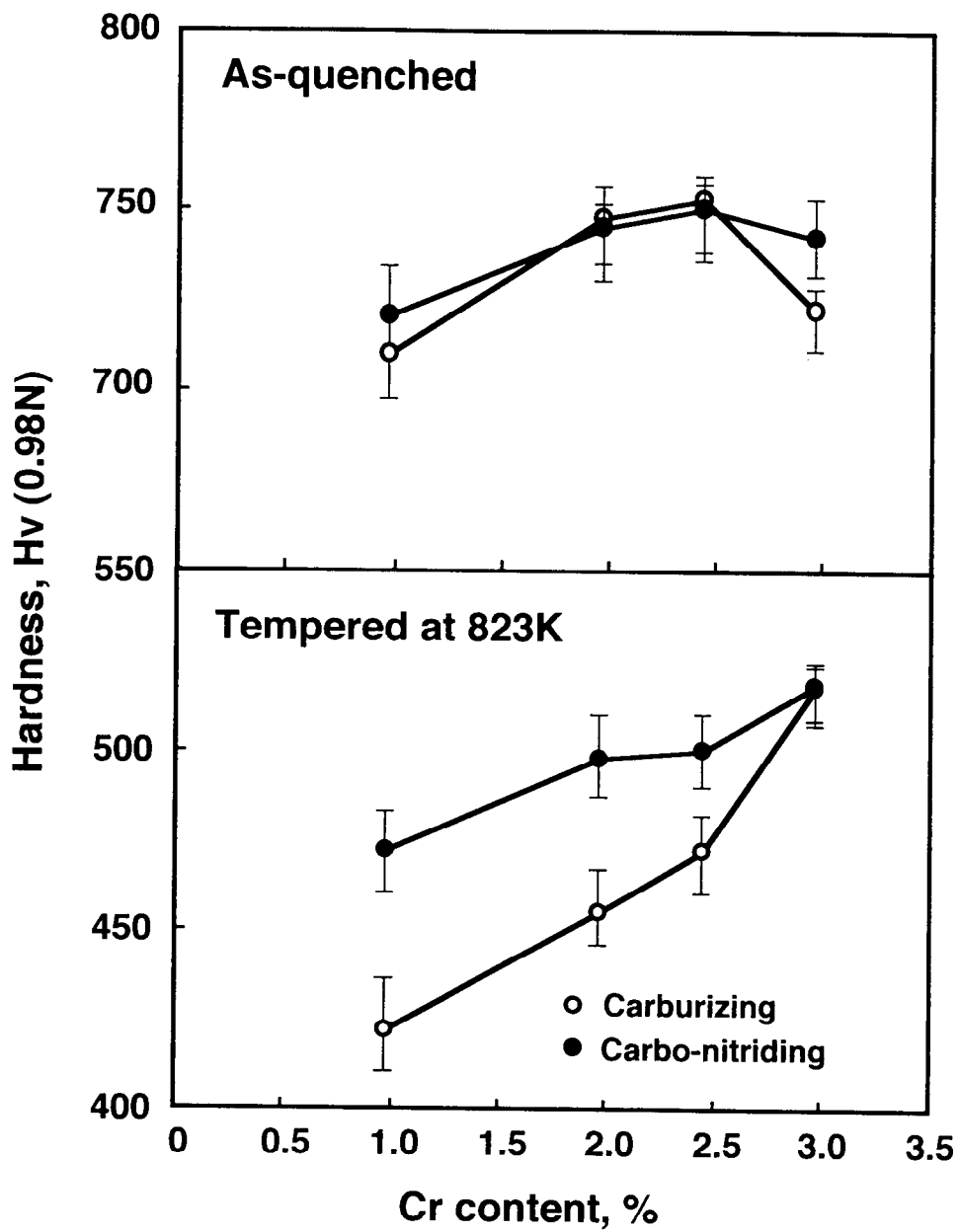


Fig. 3-8 Effects of Cr content on hardness tempered at 823 K after carburizing and carbo-nitriding.

い焼戻軟化抵抗を有することによる結果であることが分かる。浸炭窒化材では、母材のCr含有量が約2.5%までは焼戻軟化抵抗を向上させるため、焼戻硬さはCr量にあまり依存することなく高く、その値は2.5%~3%Cr添加材を浸炭した場合に相当することが分かった。

3. 4 マルテンサイトの格子定数

焼戻軟化抵抗に及ぼす窒素の効果を考察するために、SCr415鋼の、浸炭および浸炭窒化材のマルテンサイト格子定数の変化量 Δa 、すなわち、 $\Delta a = a - a_0$ (a は表面マルテンサイトの格子定数、 a_0 は熱処理後の炭素、窒素の影響が及ばない芯部の格子定数)を、各焼戻温度について調べた。Fig. 3-9に示すように、浸炭窒化材は、焼入れままでは浸炭のみの場合に比し格段に Δa が大きい。そして、焼戻温度の上昇によって Δa が小さくなり、焼戻温度が約673 K以上では、浸炭のみの場合とほぼ同じ値になる。

高温相(オーステナイト相)への窒素の固溶限は、2.8mass% (923 K)であるが、室温でのマルテンサイト(α')およびフェライト(α)相中へはほとんど固溶しない⁸⁾。従って、Fig. 3-9に示す結果は、浸炭窒化材の焼入れ状態では、固溶窒素量が多く、673 Kまで焼戻温度の上昇と共に、この窒素が窒化物あるいは炭窒化物として析出することを意味している。そして、これらの析出が焼戻軟化抵抗の向上に寄与していると考えられる。

3. 5 X線回折

焼戻過程での析出相を、X線回折により検討した。窒素化合物相の同定を容易にするため、試料の浸炭窒化は、 NH_3 ガス流入量を増し、表面侵入窒素量を約0.6%にまで高めた。ただし、用いた鋼は、歯車用材料として最も一般的なJIS SCr420鋼(0.22C-0.21Si-0.78Mn-1.1Cr)である。SCr415鋼と異なるのは母材炭素量のみのため、浸炭窒化層では、SCr415鋼での析出過程と全く同じであると考えられる。焼入れままおよび種々の温度で焼戻後、表面下0.05mmまで電解研磨し、X線回折(Cuターゲット, 50kV-200mA)を行った。X線回折図をFig. 3-10に、同定できた析出相をTable 3-2にまとめた。焼入れ直後は、 α' (正方晶マルテンサイト)と残留オーステナイトの他、

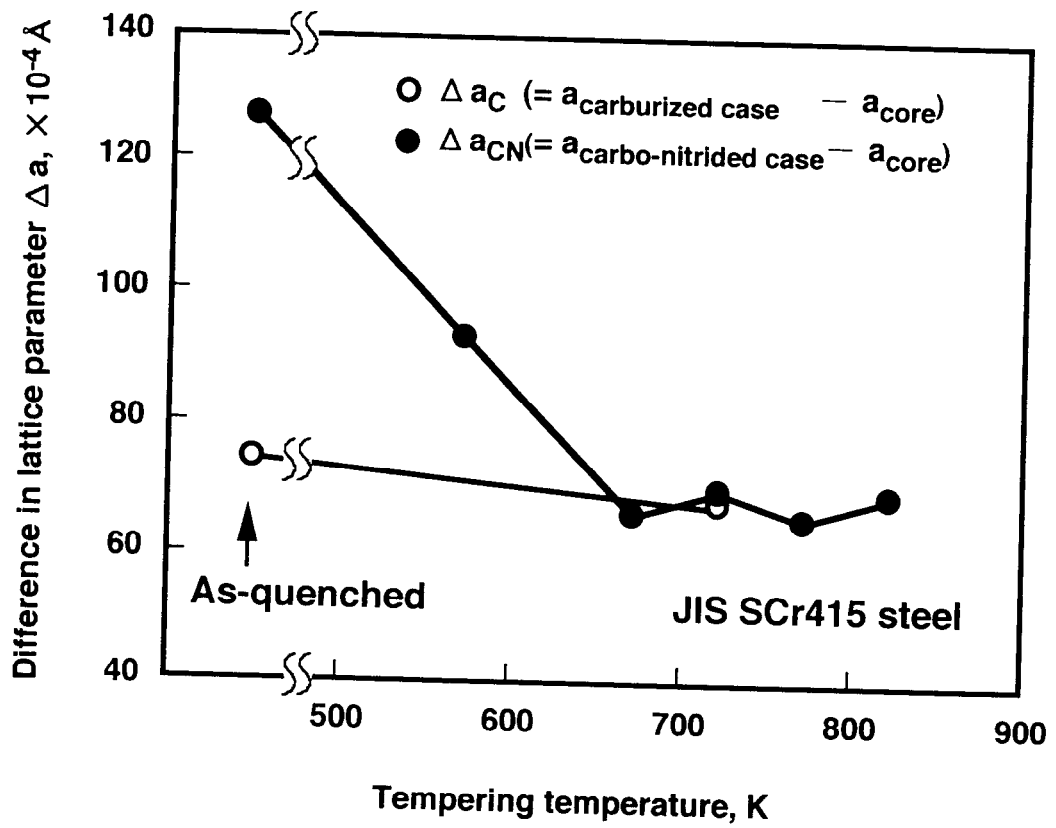


Fig. 3-9 Changes in difference between lattice parameters of hardened case and core during tempering at various temperatures (JIS SCr415 steel).

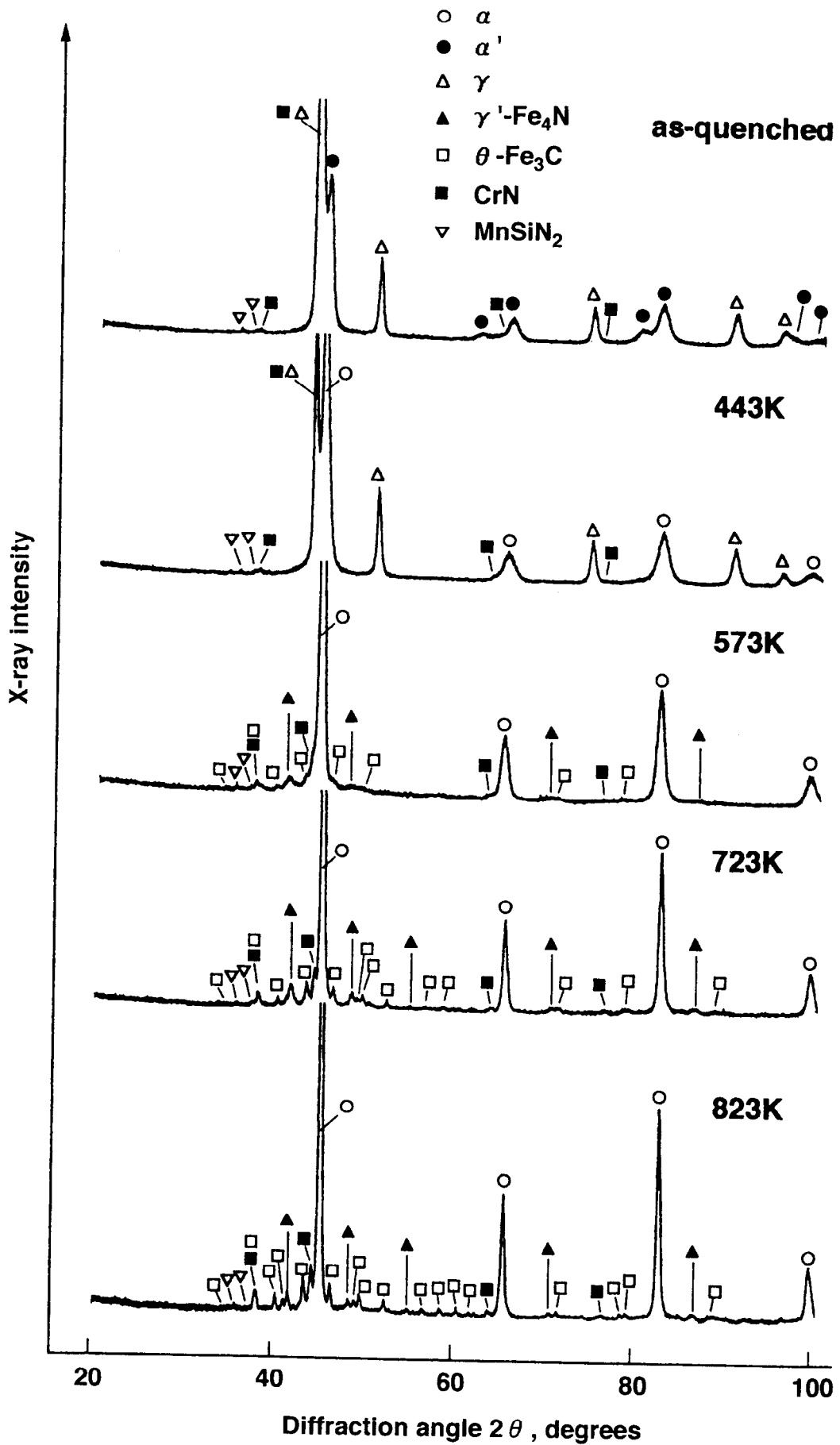


Fig. 3-10 X-ray diffraction patterns at a depth of 50 μ m from the surface of as-carbonitrided JIS SCr420 steel and those after tempering at various temperatures for 10.8ks after the carbo-nitriding.

Table 3-2 Phases identified by X-ray diffraction analysis at a depth of 50 μ m from surface of as-quenched SCr415 steel and SCr415 steel tempered at various temperatures after carbo-nitriding.

	Phase						
	α' -Fe	α -Fe	γ -Fe	γ' -Fe ₄ N	CrN	MnSiN ₂	θ -Fe ₃ C
as-quenched	++	-	++	-	+	+-	-
443K	-	++	++	-	+	+-	-
573K	-	++	-	+-	+	+-	+-
723K	-	++	-	+	+	+-	+
823K	-	++	-	+	+	+-	+

X-ray intensity: ++ > + > +- > - (absent)

CrNおよびMnSiN₂の析出が認められた。MnSiN₂は、回折強度がCrNのそれより弱く、析出量はCrNより少ないと思われる。443 Kの焼戻後は、すでに完全な正方晶の α' 相は消失し、大部分が立方晶の α 相に変化している。その他は特に変化は見られない。573 Kの焼戻後は、残留オーステナイトが分解消失し θ -Fe₃Cが析出すると共に、微弱ながら γ' -Fe₄Nの回折が確認された。回折強度が微弱なのは、 γ' -Fe₄Nの析出粒子サイズが極めて微細であり析出体積率が小さいためと思われる。この γ' -Fe₄Nの回折強度は、焼戻温度が723 Kおよび823 Kではわずかながら強くなっていた。また、Fig. 3-9 に示したように焼戻温度が673 K以上では格子定数は減少していない。このことから、 γ' -Fe₄N相の体積率は673 Kでの焼戻しを最大に、それ以上の温度では増加せず、 γ' -Fe₄N粒の凝集粗大化が起きていると考えられる。一方、焼戻後でもCrNおよびMnSiN₂の回折強度には、特に変化は見られなかった。

Fe-C-N系マルテンサイトの焼戻過程では、475 Kまでの焼戻しにより整合な α'' -Fe₁₆N₂が析出し、硬さが最大100Hv程度増加する。さらに高温では、 α'' -Fe₁₆N₂は分解して γ' -Fe₄Nに変わり、その粗大化により硬さが低下する⁹⁾こと、また炭窒化物の析出は特に認められない¹⁰⁾ことが報告されている。本研究の結果では、 α'' -Fe₁₆N₂の回折は認められず、573 K以上において γ' -Fe₄Nが認められた。 α'' -Fe₁₆N₂は析出初期では直径300~700 Å¹¹⁾と非常に微細な粒子であるため、本結果だけからは、析出していないとは言えない。しかし、少なくとも、573 K以上における高い焼戻軟化抵抗の原因は、主として γ' -Fe₄Nの析出と考えられる。823 Kの焼戻しにおいても高い軟化抵抗を示したのは、主に、母材に約1%以上のCrを含有していることにより窒素の拡散速度が低下¹²⁾し、その結果、窒化物の析出が遅延すると共に γ' -Fe₄Nの凝集粗大化が比較的緩慢であったためではないかと思われる。

CrNやMnSiN₂は、1113Kでの浸炭窒化過程ですでに析出しており、焼戻しによる変化も特に認められないこと、さらに浸炭窒化においてCr含有量による焼戻軟化抵抗への影響はきわめて小さかったことから、CrNやMnSiN₂の焼戻軟化抵抗の向上への寄与はほとんどないものと考えられる。浸炭窒化層は、同一熱処理条件でもCr量の多いほど最高窒素量が増加した。これは前述したように主にCrNの析出量が増加するためであって、固溶窒素量が増加するのではないと考えられる。

4. 考 察

浸炭窒化後焼入れたままのSCr415鋼におけるマルテンサイトの格子定数の値から、固溶窒素量の推定を試みた。Fig. 3-9 から分かるように、焼入れままでは、浸炭窒化の格子定数は、浸炭に比し0.0052Åも大きい。窒素が固溶することによるフェライト格子の変化量すなわち膨張量(Δa_N)は、Jack¹³⁾によれば、

$$\Delta a_N (\text{Å}) = (0.0285 \pm 0.0015) \times \text{mass\%N} \quad [3-1]$$

で表される。これに従えば、本浸炭窒化条件で処理したSCr415鋼の固溶窒素量は、0.17~0.19%であることが分かる。EPMA分析から全窒素量は約0.2%であることから、残りの0.01~0.03%の窒素は、主にCrN、一部MnSiN₂として析出していると考えられる。

また、この固溶窒素は、オーステナイトを安定化するためMs温度の低下を引き起こし、残留オーステナイトの増加を招く。残留オーステナイト量を求める計算式、

$$\text{残留オーステナイト(\%)} = 100 \exp\{-0.011(Ms-T)\}^{14)} \quad [3-2]$$

T(°C): 冷却停止温度

[3-2]式からその値を計算した。Ms温度は、古くから合金元素の影響が研究され、種々のMs値の実験式が報告されているが、ここでは、

$$Ms(^{\circ}\text{C}) = 499 - 300C - 33Mn - 22Cr - 17Ni - 11Si - 11Mo - 250N^{15)}$$

(各元素量: mass%)

[3-3]

を用いた。C=0.62%, N=0.18%, T=80°C(353K)とすれば、残留オーステナイト=21.7%となり、X線回折より求めた実測値(Fig. 3-3, 表面で23%)とほぼ一致している。尚、浸炭のみの場合も、C=0.62%を使えば、残留オーステナイト=12.4%となり実測値(表面で8%)とわずかに差があるが比較的良好に合っているとみなせる。

また、823 K程度までの焼戻しにおける軟化抵抗は、SiやCrのような炭化物の凝集粗大化の遅延化による効果よりも、窒化物などの析出による効果の方がより効果的であるとみることが出来る。A鋼で0.2%のV添加による焼戻軟化への影響が明瞭でなかったのは、823 Kまでの焼戻では、十分な量のVCの析出が起きていないためと考えられる。これに対し、窒素による窒化物の析出は、573 Kの比較的低温度の焼戻しから認められた。実際の歯車の運転中の歯接触面においてはその効果は大きいと推測できる。

以上、母材のCr添加量が1%程度の鋼でも、浸炭窒化により、2.5%Cr添加鋼以上の焼戻軟化抵抗および焼戻硬さを得ることが出来ることが判明した。雰囲気ガスの窒素ポテンシャルを高めたり、焼入冷却速度を上げるなどした浸炭窒化処理を行うことによって、固溶窒素量をさらに増加させることができれば、焼戻軟化抵抗および焼戻硬さをより高めることが期待できる。

5. 結 言

Cr添加量の異なる鋼を用い、浸炭焼入材および浸炭窒化焼入材それぞれの表面層の焼戻軟化抵抗を調べた結果、以下のことが分かった。

- (1)浸炭窒化層は、浸炭層よりも焼戻軟化抵抗が高く、823 Kにおいても、優れた焼戻軟化抵抗を示す。この浸炭窒化の効果は、Cr量が約2.5%以下の鋼において顕著である。
- (2)浸炭窒化層の焼戻軟化抵抗が優れるのは、固溶窒素が、573 K以上の温度での焼戻過程で、主として γ' -Fe₄Nとして析出するためである。
- (3)1%Cr鋼 (JIS SCr415鋼)の浸炭窒化層での固溶窒素量は、約0.18%と推定される。

この浸炭窒化層に相当する焼戻軟化抵抗を得るには、浸炭処理のみを行う場合の母材に2.5%~3%のCr量を必要とする。

- (4)約3%Cr含有鋼に浸炭窒化を行っても焼戻軟化抵抗はそれ以上は向上しない。すなわち、焼戻軟化抵抗に対しては、Cr添加と浸炭窒化との複合効果は見られない。

参考文献

- 1) 例えば, 滝島延雄 : 日本金属学会会報, 14 (1975) 2, 89.
- 2) 例えば, 西 正隆, 三浦克介 : 熱処理, 6 (1966) 1, 8.
- 3) 吉田 誠, 岡田義夫, 松本 隆, 渡辺陽一 : 自動車技術会論文集, 27 (1996) 2, 125.
- 4) 例えば, 門間改三 : 鉄鋼材料学, 実教出版 (1987), 301.
- 5) 小林一博, 坪田一一, 坂上高志 : 鉄と鋼, S1275, (1982), 221.
- 6) 今井勇之進, 増本 建, 前田啓吉 : 日本金属学会誌, 29 (1965) 9, 860.
- 7) 倉部兵次郎, 荒木 透 : 鉄と鋼, 53 (1967), 1285.
- 8) V. Raghavan: PHASE DIAGRAMS OF TERNARY IRON ALLOYS Part 1, ASM International, 144.
- 9) A. Van Gent, F.C. van Doorn and E.J. Mittemeijer: Metall. Trans. A, 16A (1985), 1371.
- 10) Liu Cheng, A. Bottger and E.J. Mittemeijer: Metall. Trans. A, 23A (1992), 1192.
- 11) P. Ferguson and K. H. Jack: Proc., Heat Treat.'81, The Metals Society, London, (1983), 158.
- 12) 倉部兵次郎, 荒木 透, 河崎 勲 : 鉄と鋼, 51 (1965), 232.
- 13) K.H. Jack, Heat Treatment'73, London, The Metals Soc., (1975), 39.
- 14) D.P. Koistinen, R.E. Marburger, : Acta. Met., 7 (1959), 59.
- 15) 飯島一昭 : 熱処理, 17 (1978) 4, 215.

補遺3A 残留オーステナイト量の測定

X線回折法により、残留オーステナイト量を測定した。測定方法の概略を述べる。なお、深さ方向の測定の際に必要な研磨は、電解研磨によった。基本的には、X線によるある相からの回折線の強度がその相の体積率に依存することを基本原理としている。X線回折装置は、残留応力の測定に使用した理学電機製 微少焦点型(PSPC-MSF型)を用いた。ターゲットをCrとしCr-K α 線を用いた。

硬化層は、フェライト(α)相とオーステナイト(γ)相の2相からなると仮定し、 α 相および γ 相それぞれの体積率を V_α 、 V_γ 、積分強度を I'_α 、 I'_γ とすれば、 α 相および γ 相の相対強度 I_α 、 I_γ およびそれぞれの関係は、

$$I_\alpha = V_\alpha \cdot I'_\alpha \quad [3A-1]$$

$$I_\gamma = V_\gamma \cdot I'_\gamma \quad [3A-2]$$

$$V_\alpha + V_\gamma = 1 \quad [3A-3]$$

で与えられる。[3A-1],[3A-2]および[3A-3]式から

$$V_\gamma = [1 + (I_\alpha \cdot I'_\gamma) / (I_\gamma \cdot I'_\alpha)] - 1 = [1 + (I_\alpha / I_\gamma) \cdot (I'_\alpha / I'_\gamma) - 1] - 1 \quad [3A-4]$$

ここで、 I'_α / I'_γ は、計算により求める必要がある。

α 相では(211)面、 γ 相では(220)面の回折線について、JCPDSカードからのデータ(α -Fe: 6-0696, γ -Fe: 31-619)から、 α 相: $d(211)=1.1702 \text{ \AA}$ ($a_\alpha=2.86639 \text{ \AA}$), γ 相: $d(220)=1.280 \text{ \AA}$ ($a_\gamma=3.62039 \text{ \AA}$)である。これらを採用すると、

$$I'_\alpha / I'_\gamma = 0.3 \quad [3A-5]$$

となる。以上より、

$$V_\gamma (\%) = \{ [1 + (I_\alpha / I_\gamma) \cdot (0.3) - 1] - 1 \} \cdot 100 \quad [3A-6]$$

本研究では、 γ の回折強度が α に比しかなり小さい場合は、測定時間を α の2倍としたため、以下のようなになる。

$$V_\gamma (\%) = \{ [1 + (2 \cdot I_\alpha / I_\gamma) \cdot (0.3) - 1] - 1 \} \cdot 100 \quad [3A-7]$$

第四章 浸炭窒化焼入れした鋼の焼入組織および焼戻特性に及ぼす窒素量の影響

1. 緒言

第三章では、表面焼入層の焼戻軟化抵抗について、浸炭窒化処理による効果と、浸炭処理のみの場合の母材へのCr添加による効果を比較した結果、2.5mass%Cr添加鋼の浸炭のみ材よりも、1mass%Cr鋼でも炭素と同時に約0.2mass%Nを侵入させた浸炭窒化材の方が、823 Kの焼戻においても軟化抵抗の優れることが判明した。しかし、窒素量がさらに増量した場合の、焼戻軟化抵抗への影響については、明らかになっていない。

一方、高濃度窒素の浸炭窒化焼入れにおいては、異常組織の出現することが報告されている。最も一般的な異常組織は、表層部に現出する黒色部である。これは、新美ら¹⁾²⁾、恒川ら³⁾による純鉄および低炭素鋼を用いた研究によって、鋼中に発生したN₂が旧オーステナイト粒界にそって放出された結果生じたボイドであることが明らかにされている。しかし、高濃度窒素での焼入マルテンサイトや残留オーステナイトの挙動、特に実用材料であるCr含有鋼を用いた研究は少なく、不明な点が多い。

そこで、本章では、浸炭焼入用鋼として最も一般的に使われている1mass%Cr含有鋼について、表面焼入層の焼戻軟化特性に及ぼす窒素量の影響を明らかにすることを主目的とするが、窒素量の増量による焼入組織への影響についても、検討を行った。

2. 実験方法

2. 1 供試材

Table 4-1 に示すJIS SCr420H鋼、Siを低減しMoを0.4mass%添加したCr-Mo鋼、さらに比較鋼としてCrを含有しない炭素鋼、JIS S20C鋼の3鋼種を用いた。いずれもφ約40mmの圧延材を焼ならし処理(1193 K - 3.6 ks→空冷)した後、機械加工により、圧延方向にφ26mmの丸棒試験片を切り出した。JIS SCr420H鋼のみ、表層部の焼入

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

steels	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Al
JIS SCr420H	0.22	0.21	0.78	0.011	0.016	1.10	0.04	0.040
Cr-Mo	0.22	0.08	0.85	0.006	0.015	1.10	0.41	0.030
JIS S20C	0.19	0.27	0.84	0.011	0.011	0.03	-	0.031

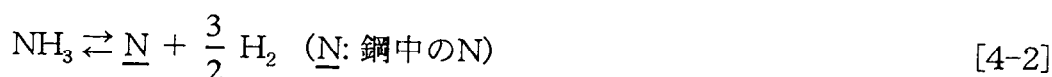
冷却速度を変化させる目的で、 $\phi 5$, $\phi 10$, $\phi 26$, $\phi 35$ mmの丸棒および5mm tの板状試験片を作成した。5mm t試験片は、主にX線回折および透過型電子顕微鏡(以下、TEMと略記)観察用試料とした。

2. 2 浸炭窒化焼入れ

浸炭窒化条件をFig. 4-1 に示す。浸炭過程は、1173 Kにて、搬送ガス(RXガス)を $10\text{m}^3/\text{hr}$ 流入させ、エンリッチガス(ブタン, C_4H_{10})を添加したカーボンポテンシャル値(CP値)1.1%の雰囲気にて14.4 ks 浸炭した後、CP=0.95%の雰囲気にてCの拡散処理を行った。その後、1113 K に降温し、CP=0.95%のままで NH_3 ガスを添加して、浸炭窒化処理を行った。ここで、窒化支配ガスと浸炭支配ガスとが相互に大きくは影響しない⁴⁾ことが知られているため、窒化過程のみを分離して考えると以下のようなになる。すなわち、1113 Kでは添加された NH_3 ガスの大部分(95%以上)は、次式の反応によって N_2 と H_2 に分解する。



しかし、一部の NH_3 (残留 NH_3)は、次式の反応によって鋼表面への窒化に寄与する。



この平衡定数 K_2 は、

$$K_2 = \left(\frac{1}{a_{\text{N}}} \right) \left[\frac{P_{\text{NH}_3}}{(P_{\text{H}_2})^{\frac{3}{2}}} \right] \quad [4-3]$$

と表される。ここで、 a_{N} は、オーステナイト中の窒素の活量であり、 P_{NH_3} , P_{H_2} は、 NH_3 , H_2 それぞれの分圧である。従って、 a_{N} は、次式で表される。

$$a_N = \left(\frac{1}{K_2} \right) \left[\frac{P_{NH_3}^3}{(P_{H_2})^2} \right] \quad [4-4]$$

これより、試料表面の窒素量は、処理温度が一定であれば、炉内に残留するNH₃の分圧とH₂分圧によって支配されることが分かる。このように、試料表面の窒素量は、

$$N_p \propto \left[\frac{P_{NH_3}^3}{(P_{H_2})^2} \right] \quad [4-5]$$

で表現される特定の平衡窒素濃度(窒素ポテンシャル, N_p)が存在すると考えられるが、実際には、処理時間が短い場合は、平衡状態にはなく、処理時間の増加と共に表面窒素量が増加する⁵⁾ことが知られている。そこで本研究では、残留NH₃濃度および処理時間を共に変化させることによって、試料表面の窒素量を制御した。残留NH₃濃度は、添加NH₃ガス量の増加と対応して増加する⁶⁾ため、添加NH₃ガス濃度と処理時間を変化させた。

試料表面の炭素、窒素量の分析は、炉内に同時挿入した丸棒試験片の表面層(深さ約50 μmまで)から旋盤により採取した切粉を、炭素は燃焼-赤外線吸収法^{註1}、窒素は不活性ガス融解-熱伝導度法^{註2}にて求めた。以下、本論文における炭素、窒素濃度は、特に記載しない場合、この方法によって測定した値とする。なお、一部の試料についてGD-OES(Glow Discharge Optical Emission Spectrometry)^{註3}による深さ方向の窒

^{註1}燃焼-赤外線吸収法：LECO社製CS-444型装置を用い、切粉状試料を、O₂気流中で高周波加熱を行い、全てのCを酸化させてCOまたはCO₂とし、Cのみの赤外線吸収吸収量を測定することによって、C濃度を求めた。分析精度は、σ=約10ppm。

^{註2}不活性ガス融解-熱伝導法：LECO社製TC-436型装置を用い、切粉状試料を、Heガス雰囲気中で加熱融解させてN₂を抽出し、熱伝導度セルに搬送して熱伝導度の変化を測定することにより窒素濃度を求めた。分析精度は、σ=約2ppm。

^{註3}GD-OES：ジョバンイボン社製JY5000 RF-PSS装置を用いた。板状試料を陰極とし、Arガス雰囲気にて約10⁻³ Torrに減圧して、陽極間に13.56MHzの高周波(RF)を印加させた。発生したAr⁺の試料表面へのスパッタリングによって、試料中の構成元素を放出させ、再衝突、励起による発光を、波長分析した。これにより試料の深さ方向の窒素分布を測定した。

素の分布状況を調べた結果(定性分析)では、約 $8\mu\text{m}$ までは濃度の高低変化が見られたが、約 $10\mu\text{m}$ から約 $90\mu\text{m}$ まではほぼ均一な濃度分布であった。これより、前記の分析値は、深さ約 $90\mu\text{m}$ までの、ほぼ均一な値を与えていると考えても大きな問題はない。

焼入れの冷却速度による影響についても調べるため、前述の試験片のサイズを変化させることに加え、 453 K の塩浴($55\%\text{KNO}_3+45\%\text{NaNO}_3$)への焼入れの他、一部 323 K の油および 277 K の塩水焼入れを行った。いずれの焼入れも少なくとも 300 s 冷媒中に保持し、その後は放冷した。種々の試験片を焼入れた場合の深さ $50\mu\text{m}$ における冷却速度にどの程度の差があるかは、有限要素法に基づく伝熱計算[補遺4A参照]により推定した結果をTable 4-2に示す。全て 1113 K (焼入れ温度)から 573 K までの平均の冷却速度を求めた。この結果は焼入れ時のマルテンサイト変態熱は考慮していないが、その影響は小さい⁷⁾と思われる。炭素、窒素濃度勾配による深さ方向の伝熱係数の変化などについては考慮していないため絶対値は実際と異なるが、同一冷媒における各試験片の相対的な扱いにおいては大きな問題は生じないと考えられる。

2. 3 組織解析

焼入れのまま、および 443 K 、 573 K 、 $723\text{ K}-10.8\text{ ks}$ の焼戻を行った試料について、光学顕微鏡観察、マイクロビッカース硬さ(荷重 2.9 N)測定を行った。一部EPMA解析(JEOL JXA-8600, 10 kV , $1.0\mu\text{A}$, ビーム径 $\phi 1\mu\text{m}$)、TEM観察(日立 H-800型, 加速電圧 200 kV)、およびX線回折を行った。X線回折($\text{CuK}\alpha$, $40\text{ kV}-40\text{ mA}$)による深さ方向の解析は、電解研磨によって深さ最大約 $500\mu\text{m}$ まで行った。

3. 実験結果および考察

3. 1 焼入れ組織の異常性

3. 1. 1 光学顕微鏡組織

Fig. 4-2 および Fig. 4-3 に表層部断面の5%ナイトールエッチングした光学顕微鏡

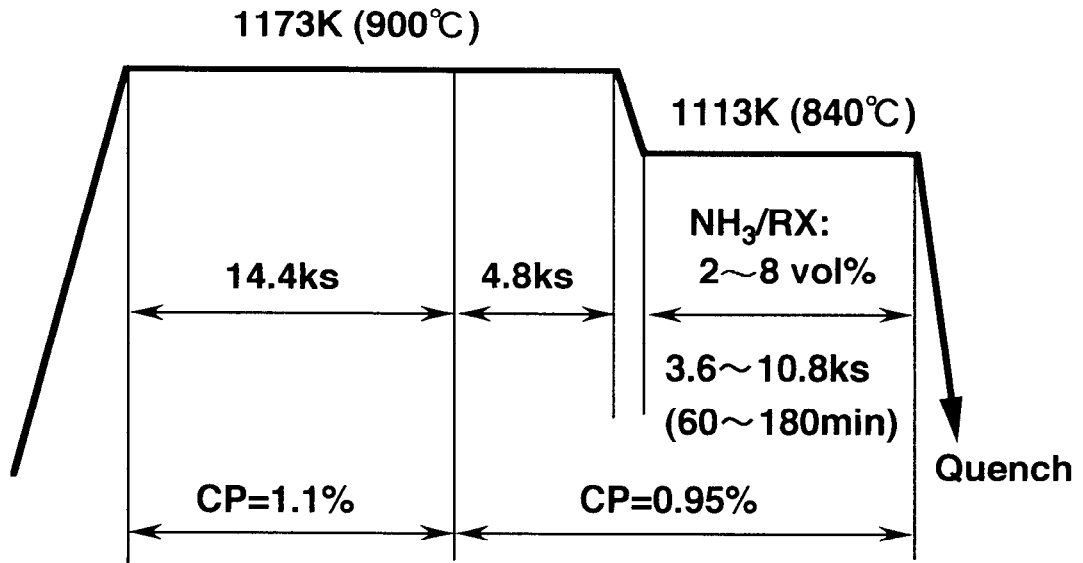


Fig. 4-1 Carbo-nitriding condition.

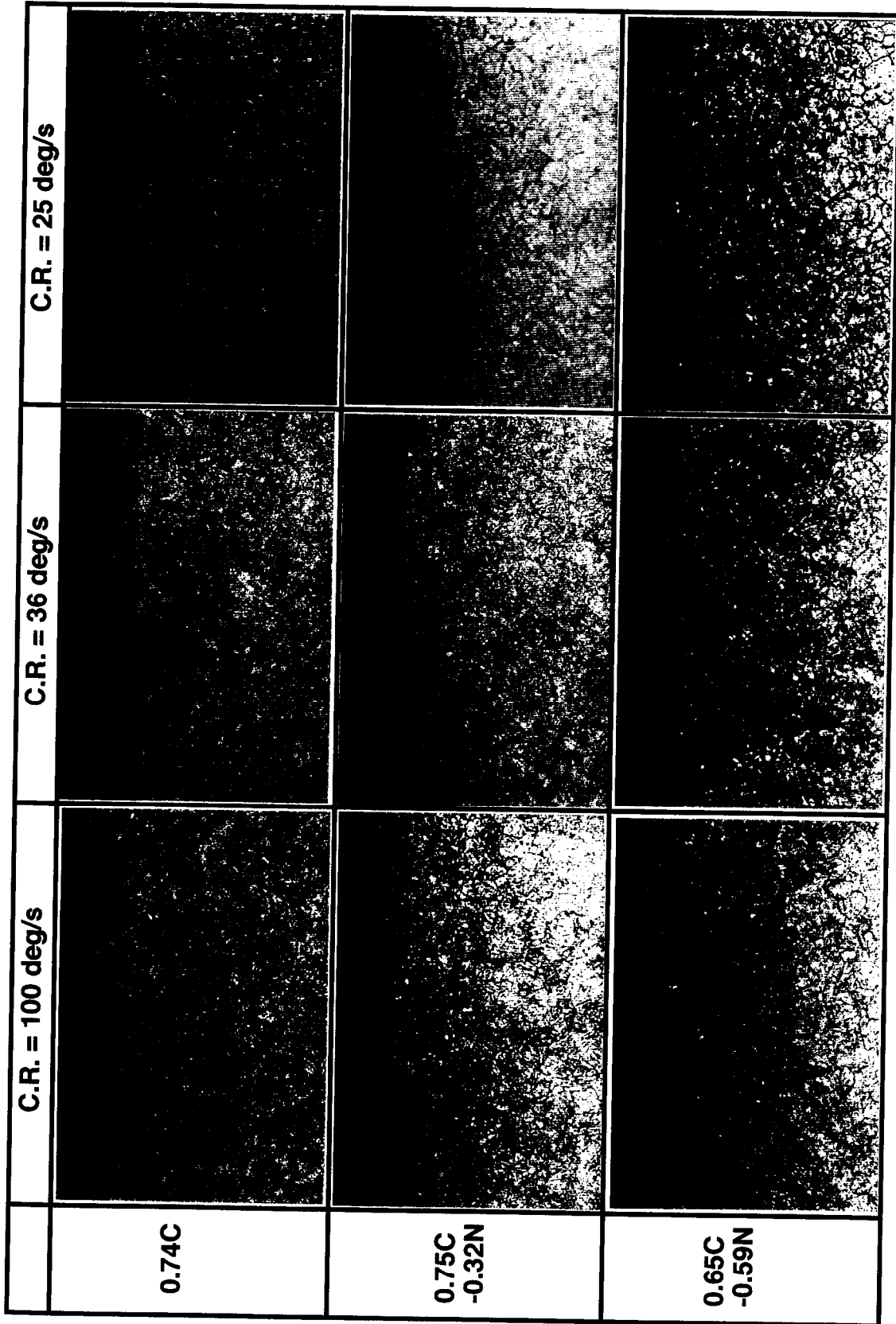
Table 4-2 Calculated cooling rates on a depth of 50 μ m.

specimen size(mm)	quenching*	1113K→573K average cooling rate(deg/s)
ϕ 35	salt (453K)	25
ϕ 26	salt (453K)	36
	brine (277K)	342
ϕ 10	salt (453K)	100
ϕ 5	salt (453K)	216

* Quenching methods are:

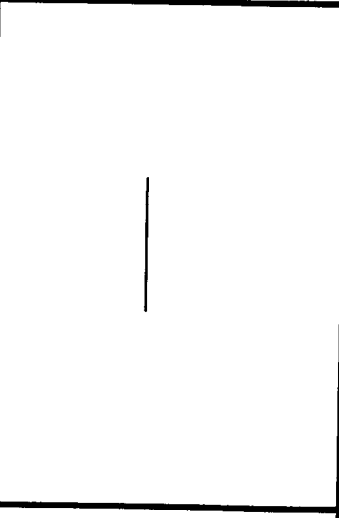

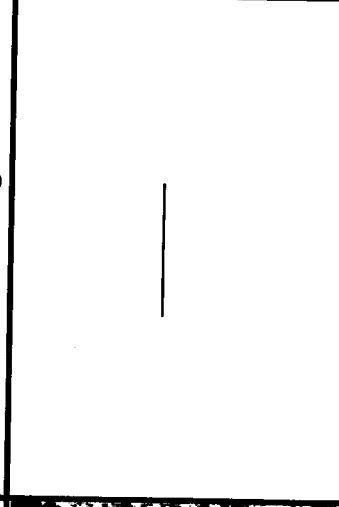
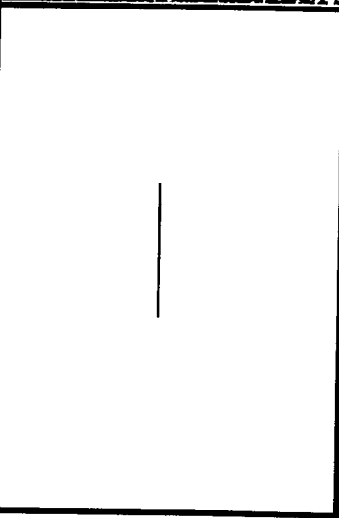
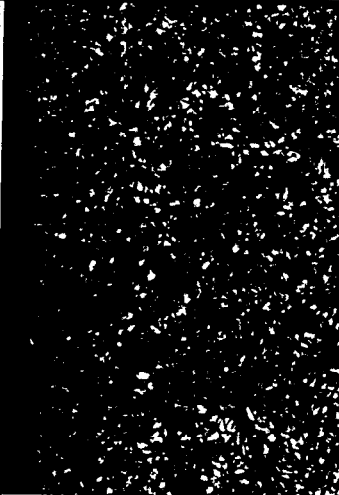
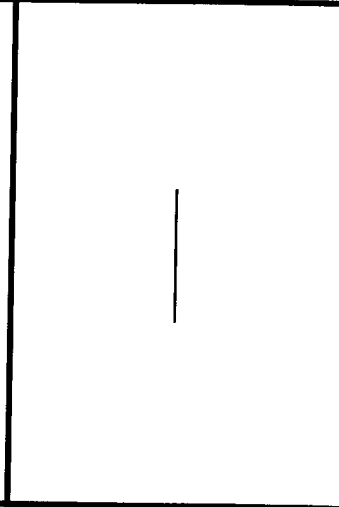
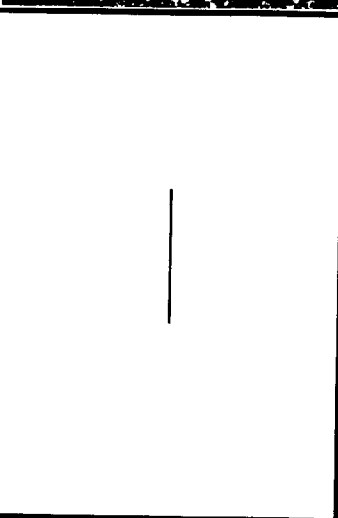
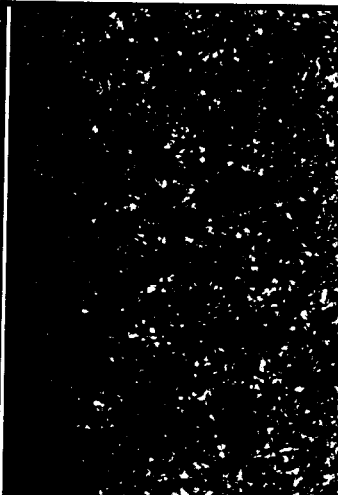
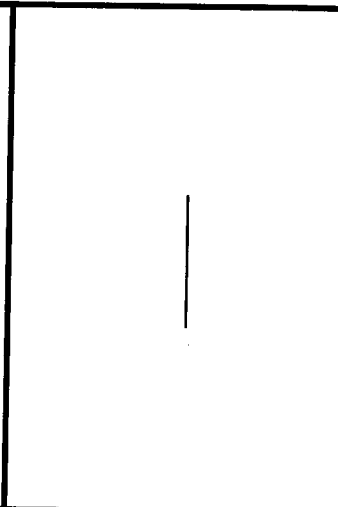
salt(453K); quenched to a salt held at 453 K,

brine(277K); quenched to a iced brine



50 μm

Fig. 4-2 Optical micrographs of the cross-sectional surface layers of of as-quenched JIS SCr420H steel (5% nital etched).

	C.R. = 100 deg/s	C.R. = 36 deg/s	C.R. = 25 deg/s
0.75C			
0.58C -0.67N			
0.57C -0.84N			

50 μm

Fig. 4-3 Optical micrographs of the cross-sectional surface layers of of as-quenched Cr-Mo steel (5% nital etched).

組織の例を示す。いずれも塩浴焼入したもので冷却速度も示した。浸炭のみは、表面層の粒界酸化層が、いずれの冷却速度でも認められるがそれに伴う異常層は冷却速度の遅い方が深くまで認められる。しかし、その内部のマルテンサイト組織は冷却速度の差による顕著な差異は認められない。ところが窒素量が增量する共に、旧オーステナイト粒界周辺を主に、しだいに粒内にも黒色組織すなわちエッチングされやすい組織の領域が拡大していることが分かる。その傾向は冷却速度の遅い方が顕著である。残留オーステナイト量は、窒素量の増加と共に増加することが考えられるが、高窒素試料では必ずしも増加しているようには見えない。なお、窒素量の増加と共に粒界酸化深さが浅くなると共に、その周辺の異常層も浅くなっている。これは NH_3 ガスによる還元性雰囲気での処理であることに加え、すでに述べた窒素による焼入性改善効果によると思われる。

Fig. 4-4 に深さ方向の硬さ分布を示す。前述した最表層部の黒色組織の領域に対応する深さまで硬さが低いことがよく分かる。この硬さ低下は、窒素量が多いほど顕著となり、またより深くまで現れている。表面下0.05mmでの硬さと冷却速度、窒素量の関係をJIS SCr420H鋼とCr-Mo鋼をまとめてFig. 4-5 に示す。窒素量が增量しても冷却速度を上げれば顕著な硬さ低下はないこと、また、0.4%Mo添加鋼では顕著な硬さ低下が見られない。

新美ら¹⁾、恒川ら³⁾、奥宮ら⁸⁾は、浸炭窒化層における異常組織として、純鉄およびJIS S15CK鋼において、ボイドの出現および黒鉛の析出を報告し、それらの析出限界線図を作成している。それによると、ボイドの出現は窒素量によって支配され、1123 K - 3.6 ks 処理の場合、純鉄では約0.60%N、JIS S15CK鋼では約0.55%N以上から起こるとされている。一方、黒鉛の析出は、 $\text{N} > 0.1\%$ かつ $\text{C} > 1\%$ の場合にのみ見られると報告されている。しかし、本研究で用いたCr鋼では $\text{N} > 0.60\%$ の条件でもボイドおよび黒鉛のいずれも見られなかった。この理由として、ボイドに関しては、窒素の一部が主にCrNとして析出しているため、固溶窒素量はボイドの発生限界濃度よりも低いためであると思われる。

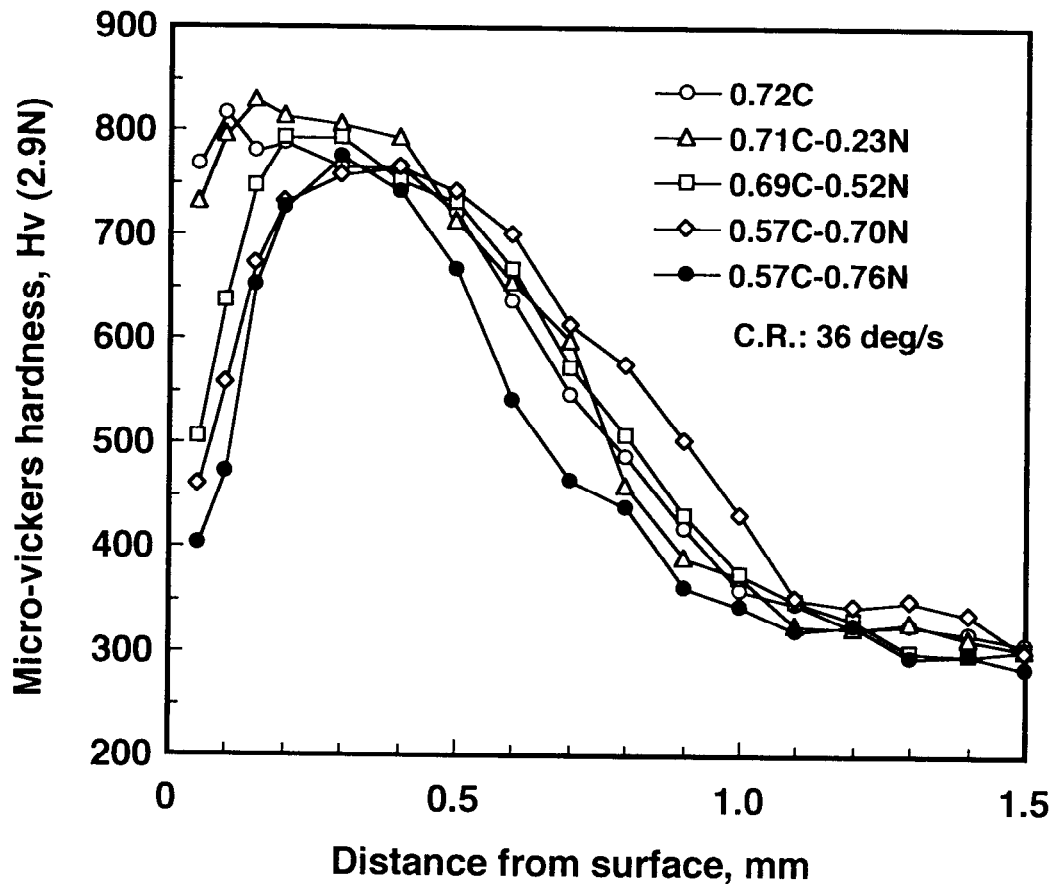


Fig. 4-4 Hardness profiles as a function of distance from the surface of JIS SCr420H steel carburized or carbo-nitrided, followed by quenching into salt at 453 K, where cooling rate is 36 deg/s.

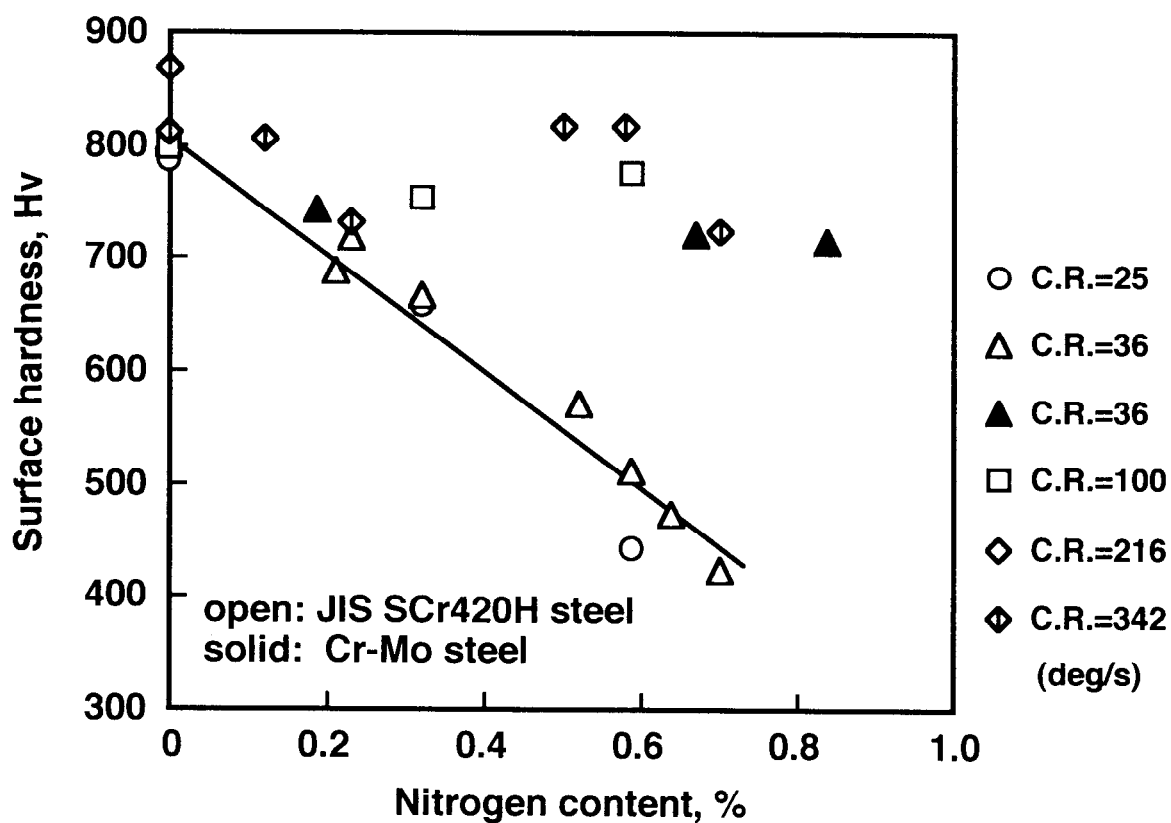


Fig. 4-5 Effect of nitrogen content and cooling rate on surface hardness of as-quenched JIS SCr420H steel and Cr-Mo steel.

3. 1. 2 深さ方向の組織解析

表層部の組織状況を調べるため、浸炭窒化後のSCr420H材について電解研磨を行いながら深さ方向のX線回折を行った。X線回折図をFig. 4-6に、同定された相をまとめてTable 4-3に示す。表面下50~100 μm では残留オーステナイトの増加と共にCrNの析出量が増加していることが分かった。また、試料表層部の断面について、EPMAを用いて、N, Mn, CrおよびOの各特性X線のマッピングを行った結果をFig. 4-7に示す。NとCrの分布から分かるように、これらはCrNの析出相として存在すると思われ、深さ約30 μm から80 μm の領域で最も多く存在することが分かる。サイズの大きいものは主に旧オーステナイト粒界に、サイズの小さいものは粒内にも存在する傾向が認められる。また、Crは、極表層部には高濃度域($\text{Cr}_2\text{O}_3^{9,10}$)の析出と思われる)が見られるが、深さ約20 μm 程度までの粒界近傍で低濃度域が明瞭に認められる。Siも、多くは、極表層に高濃度域($\text{SiO}_2^{9,10}$)の析出と思われる)が見られる他、旧オーステナイト粒界を主に窒化物(MnSiN_2 と思われる)として析出している。これらより、1113 Kでの浸炭窒化過程で、表面から侵入した窒素が主にオーステナイト粒界を拡散し、深さ約30 μm ~80 μm で周辺のCrと結合しCrNとして析出したことが考えられる。粒内の微細CrNは、焼入中の高温域で析出したことが可能性として考えられる。

3. 1. 3 残留オーステナイト量とフェライト相のX線回折半価幅に及ぼす窒素量の影響

50 μm 深さでの残留オーステナイト量を、微小焦点型X線回折装置によって測定した。残留オーステナイト量と窒素量、冷却速度の関係をFig. 4-8に示す。SCr420H鋼では、残留オーステナイト量は、最も速い冷却速度 216 deg/sでは侵入窒素量の増加と共に増加する傾向を示しているが、冷却速度が低下した場合、侵入窒素が増加しても必ずしも残留オーステナイト量が増加する傾向は見られない。このことから硬さの低下現象は、残留オーステナイト量だけでは説明できない。そこで、次に、表面マトリックスの $\alpha(211)$ 反射の半価幅を調べた。半価幅は、X線を可干渉的に回折する領域のサイズとその領域内の格子周期の乱れから成り立っている¹¹⁾ため、焼入れが完全であるほど広がるようになるはずである。窒素量と半価幅の関係を、Fig. 4-9に示す。

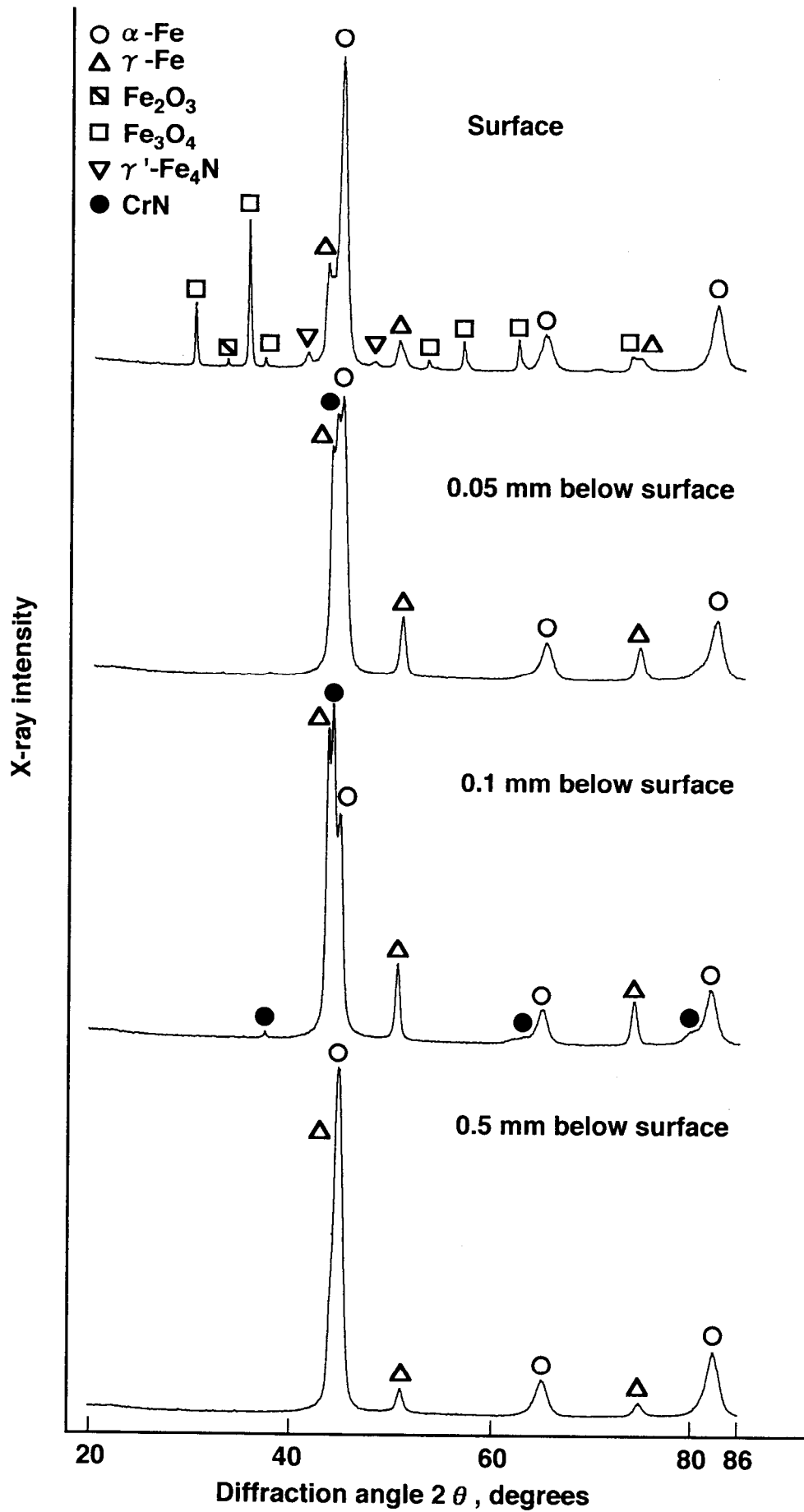


Fig. 4-6 X-ray diffraction patterns at different depths from the surface of as-carbo-nitrided JIS SCr420H steel (0.57C-0.76N).

Table 4-3 Phase identification by X-ray diffraction of as-carbo-nitrided JIS SCr420H steel (0.57C-0.76N).

Depth (μm)	Phase						
	Fe_3O_4	Fe_2O_3	α/α'	γ	CrN	γ' - Fe_4N	θ - Fe_3C
3	+	+-	++	+	-	+-	-
50	-	-	++	++	++	-	-
100	-	-	++	++	++	-	-
500	-	-	++	+	-	-	-

X-ray intensity: ++ > + > +- > - (absent)

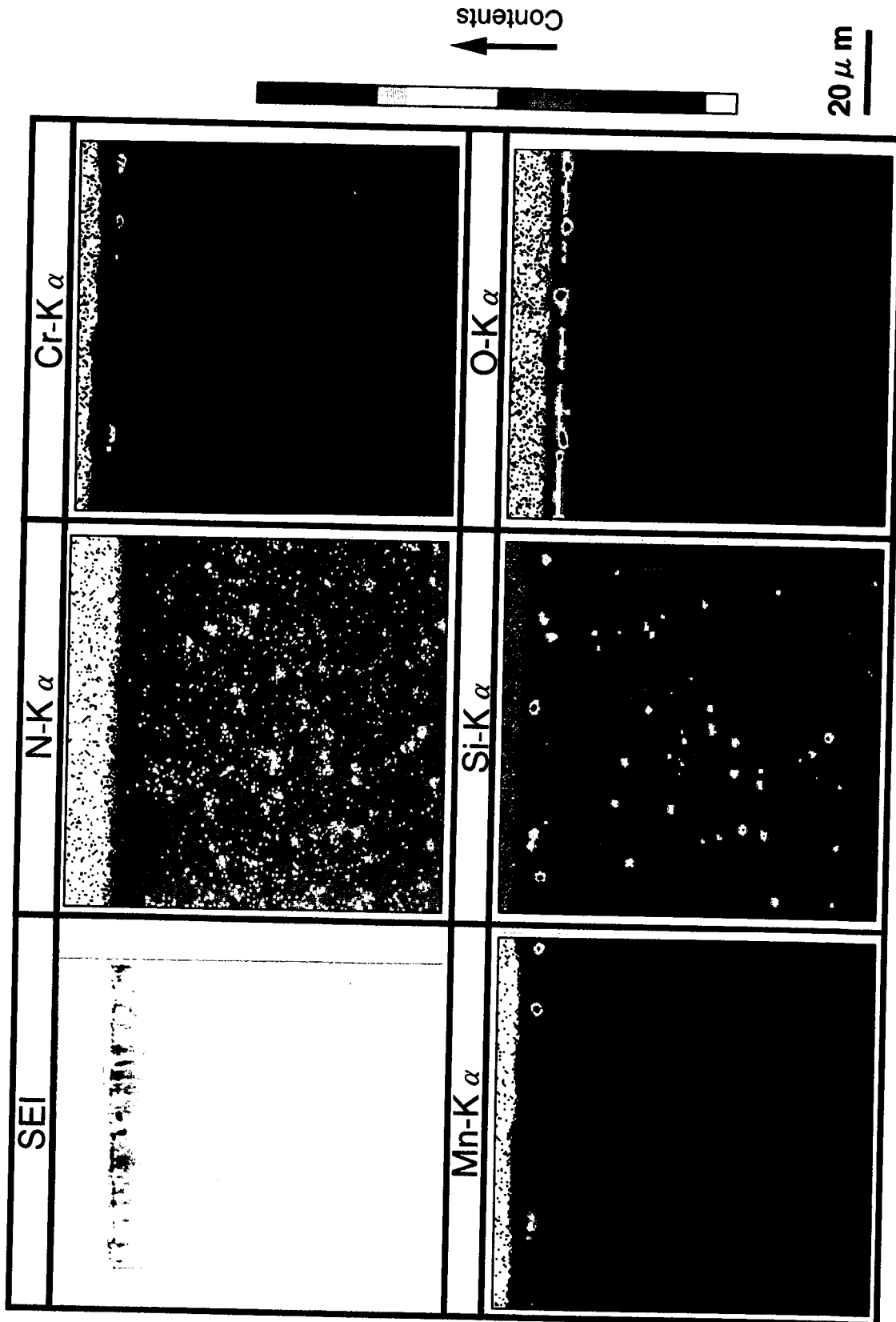


Fig. 4-7 EPMA results on the distributions of N, Cr, Mn, Si and O in cross-section of surface layer of as-carbo-nitrided JIS SCr420H steel (0.57C-0.76N).

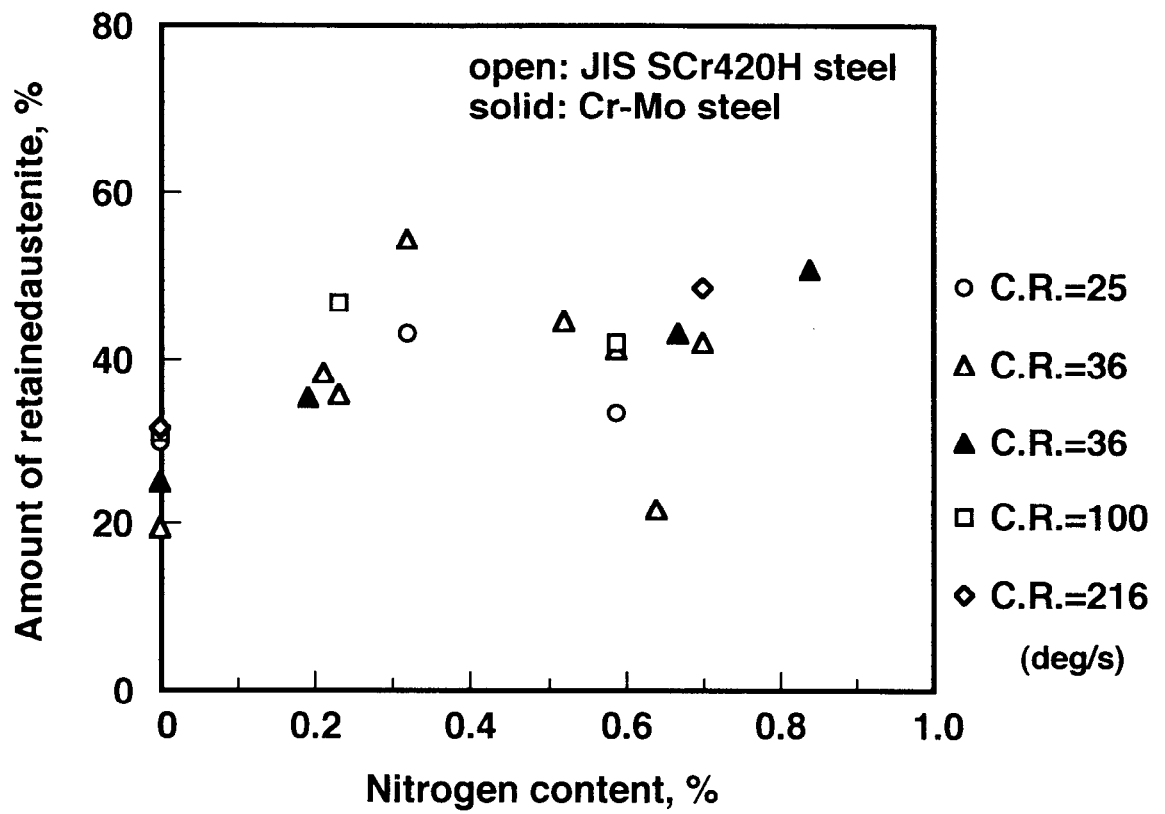


Fig. 4-8 Effect of nitrogen content and cooling rate on amount of retained austenite of as-quenched JIS SCr420H steel and Cr-Mo steel.

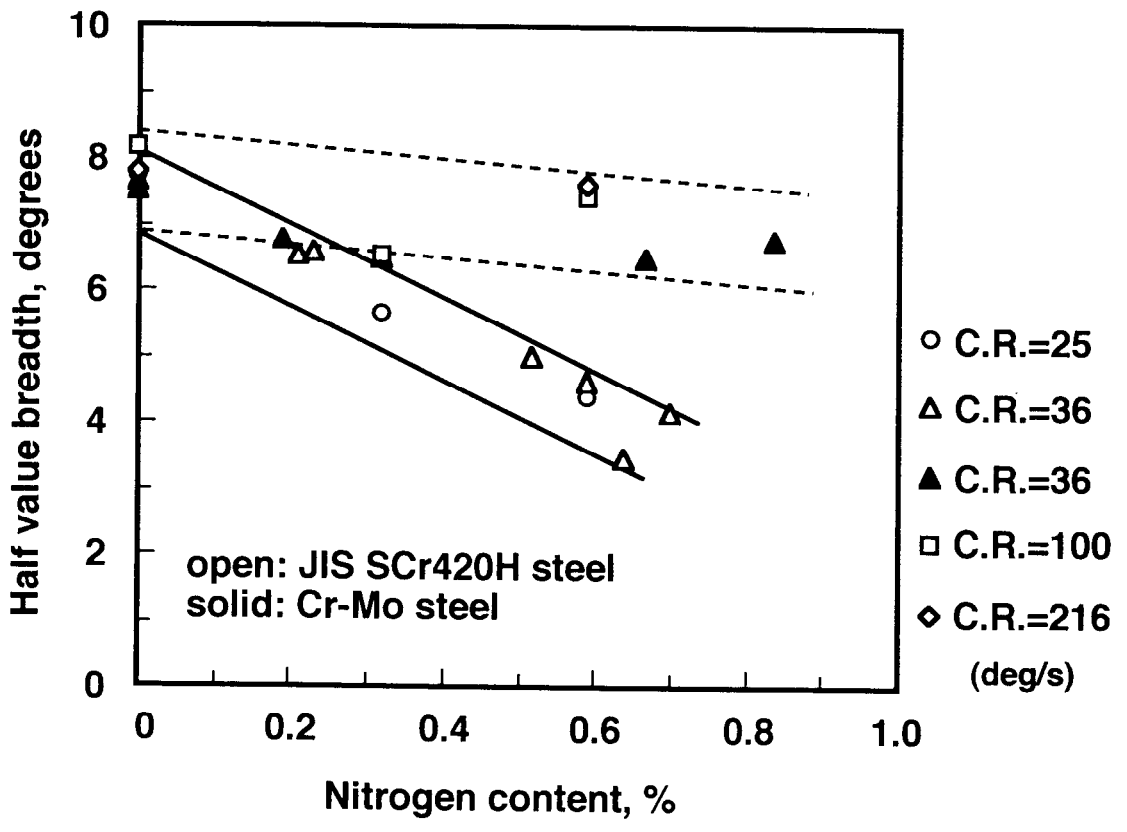


Fig. 4-9 Effect of nitrogen content and cooling rate on half value breadth of as-quenched JIS SCr420H steel and Cr-Mo steel.

窒素量の増加による半価幅の低下は、Fig. 4-5 に示した硬さの低下傾向と極めて類似していることがわかる。すなわち、窒素量増加による硬さ低下は、主にフェライト (α)相の硬さ低下であり、残留オーステナイト相の増加だけによるものでない。半価幅は、固溶硬化ならびに転位密度に強く依存する¹²⁾ことから、 α 相の硬さ低下は、焼入の際、拡散変態すなわち炭化物の析出を伴ったためと考えられ、ベイナイトを主体とした不完全焼入組織の出現によると思われる。

Lallemant¹³⁾は、1%Crを含有するSAE4130相当鋼(0.30C-0.30Si-0.70Mn-1.0Cr-0.25Mo)を用い、0.46~0.89%C, 0.06~0.35%Nの浸炭窒化層の冷却変態線図におけるベイナイトノーズ位置を調査している。それによると、内部ではその開始時間が110 sに対し、表層(0.68~0.69%C,0.23~0.25%N)では16sと極度に短時間側にシフトしている、すなわち表層の焼入性が極度に低下している。そして、その原因が、表層におけるCrの炭窒化物の析出によるものであると結論している。

これらのことを考慮すると、侵入窒素が多いほどベイナイト組織が出現しやすくなった原因として、浸炭窒化中に、侵入した窒素が主に粒界拡散しCrNとして析出することによって、析出周辺のCr枯渇により周辺マトリックスの焼入性が低下したことが考えられる。Cr-Mo鋼での硬さが、JIS SCr420H鋼と同じ冷却速度でも顕著な硬さ低下が見られないのは、窒化物を形成しにくいMoが、CrNの析出による周辺マトリックスの焼入性低下を補った結果と考えれば、矛盾なく説明できる。しかし、ベイナイト組織の出現と残留オーステナイトの減少との関連については疑問が残る。

澤井ら¹⁴⁾は、Si, Mo含有量が2%以下の炭素鋼を用い、 $A_{c3} + 10^{\circ}\text{C}$ のオーステナイト域で均熱後、ただちに塩浴バスに挿入し673 K で保持することによって、ベイナイト変態処理させた場合の未変態オーステナイト(残留オーステナイト)の挙動について研究した。それによると、残留オーステナイト量は673 K での保持時間の増加と共に増加するが、ある時間経過後は保持時間と共に減少しベイナイト組織が多くなる。これは、673 K での保持中では、残留オーステナイト中に炭素が濃化してオーステナイトを安定化しつつ、ベイナイト変態が進行するが、一定時間経過後、このようなオーステナイトも炭素がある値以上に濃化すれば、ベイナイト変態を開始するためであるとしている。本実験において、侵入窒素が多くCrNの析出によって焼入性が低下した場

合に、冷却速度が低下すると、ベイナイト組織が多くなるが、逆に残留オーステナイト量は減少するという結果は、澤井らの報告と矛盾していない。

3. 2 浸炭窒化層の焼戻特性に及ぼす窒素量の影響

3. 2. 1 焼戻軟化抵抗に及ぼす窒素量の影響

浸炭窒化焼入層の焼戻特性を調べた。ここでは、十分焼入れされたと判断できる、 α (211)の半価幅が約6deg.以上(表面の酸化層を除去後)である試験片について、焼戻軟化特性を調べた。

Fig. 4-10 (a)-(c) は、浸炭焼入れおよび窒素量の異なる浸炭窒化焼入れした SCr420H鋼について、焼入れままから種々の温度で焼戻した場合の硬さ分布の変化を示したものである。窒素量の増加によって、いずれの温度の焼戻しでも最高硬さが高く、優れた軟化抵抗を示している。

この焼戻軟化抵抗を詳しく見るため、前章と同様に、深さ50 μm での硬さについて、焼入れままから焼戻後の硬さの変化量 ΔHv (=焼戻後の硬さ - 焼入れままの硬さ)を定義し、窒素量の異なる試験片について調べた。結果をまとめてFig. 4-11 (a)-(c)に示す。SCr420H鋼は、窒素量の増加と共に、明瞭に ΔHv が向上、すなわち焼戻軟化抵抗が向上していることが分かる。Cr-Mo鋼では窒素量が0.84%の場合、焼戻しによる硬化すなわち二次硬化が認められた。Crを含有しないS20C鋼においても窒素の侵入によって焼戻軟化抵抗が向上している。これら窒素による高い焼戻軟化抵抗および二次硬化は、 γ' -Fe₄Nの析出による析出硬化現象であると考えられる。Cr-Mo鋼においては、723 Kにおいても高い焼戻軟化抵抗を示している。倉部ら¹⁵⁾は、Crは、浸炭窒化層における窒素の拡散速度を低下させること、さらに0.2mass%Moを添加すればより低下することを報告している。これを考慮すれば、本Cr-Mo鋼が、他鋼よりも、より高温まで高い焼戻軟化抵抗を示したのは、 α' ならびに γ' 相の析出が遅延しているためであると考えることができる。

3. 2. 2 固溶窒素量

浸炭窒化は、固溶窒素によって、フェライト(α)格子定数が増加していることはす

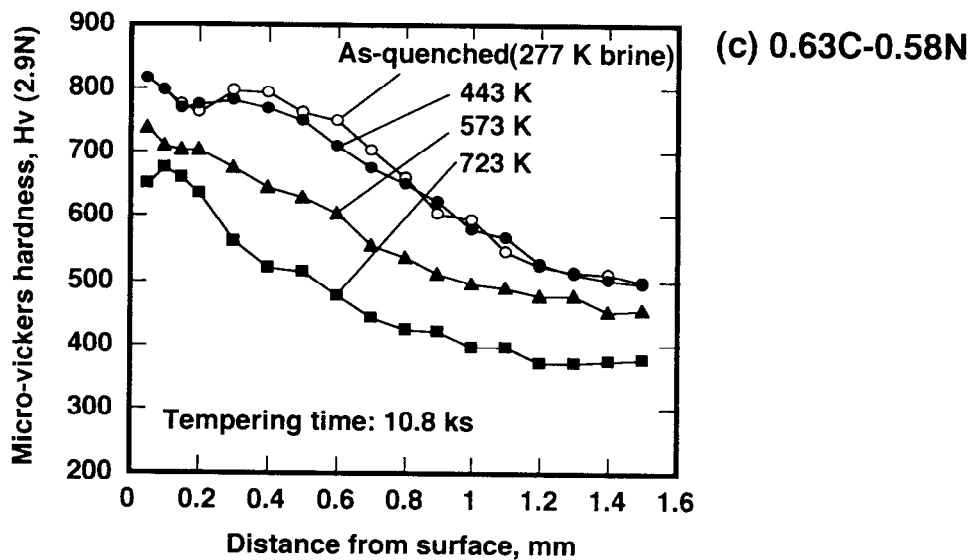
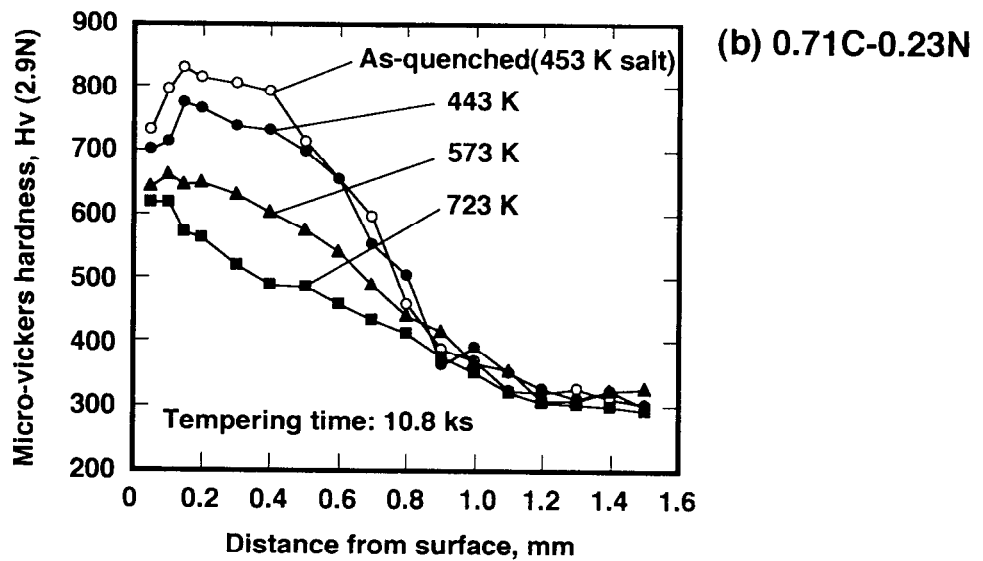
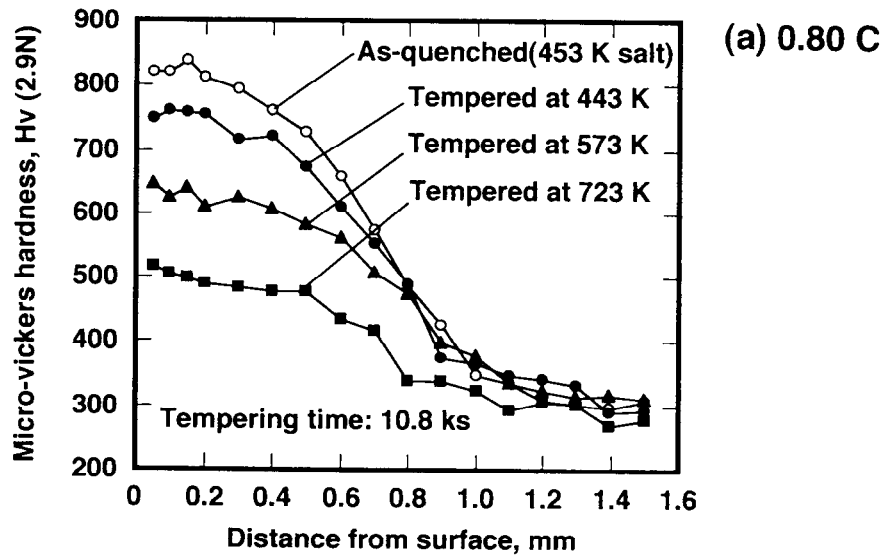


Fig. 4-10 Hardness profiles as a function of depth from the surface of JIS SCr420H steel as-quenched and tempered at various temperatures; surface carbon and nitrogen contents of (a) 0.80C, (b) 0.71C-0.23N, (c) 0.63C-0.58N, which are adjusted by employing different surface treatment conditions.

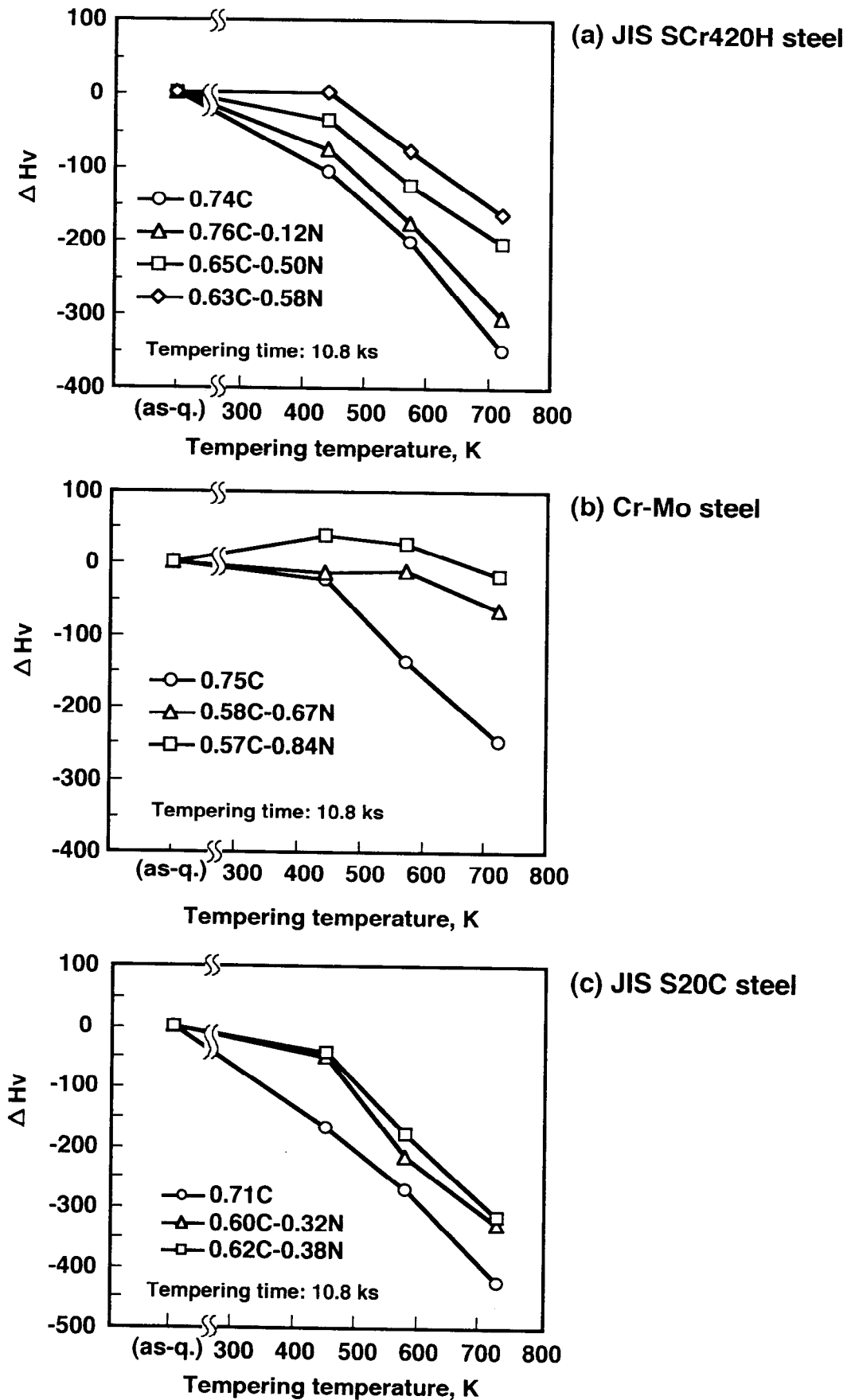


Fig. 4-11 Changes in the surface hardness after tempering at various temperatures (original surfaces are as-quenched); $\Delta H_v = [\text{Hardness after tempering } H_v] - [\text{As-quenched hardness } H_v]$, (a) JIS SCr420H steel quenched in brine at 277 K, (b) Cr-Mo steel quenched in salt at 453 K, (c) JIS S20C steel quenched in brine at 277 K.

で述べた。

ここでは、侵入窒素量の異なる試料の格子定数の増加量 Δa を測定した。すでに述べたJackの式、 $\Delta a = (0.0285 \pm 0.0015) \text{ \AA} / \text{mass\%N}$ [3-1] を用い、以下を仮定して、 Δa の実測値から α 相中の固溶窒素量を推定した。

①焼入層のマトリックスは、炭素、窒素を過飽和に固溶した α 相である。

②窒素量による α の格子定数の増分式 [3-1] が炭素にも適用できる。

③焼入れままの材料中の、セメンタイトなどの炭化物の総量は、無視できる程度に少ない。

①の仮定については、鋼の理想的な焼入マルテンサイトは正方晶であるが、これは準安定相で、実際の組織の大半は安定な体心立方格子であると考えられる。本作成試料でも、X線回折の結果、母相の(101)と(110)回折線の明瞭な分離は認められなかった。

②の仮定については、炭素と窒素とではほぼ同じ原子半径であり、共に侵入型固溶原子である。また、正方晶マルテンサイトのa軸、c軸とも炭素と窒素とではほぼ同じ変化を与える¹⁶⁾ことが分かっている。

③の仮定については、ベイナイト組織や焼戻しマルテンサイト組織の少ない塩水焼入組織（本研究では α (211)回折の半価幅が約6deg.以上)を対象にすれば、セメンタイト析出量は少なく無視できる程度と考えても差し支えない。また、未固溶炭化物は、浸炭窒化前の素材を1193 K で十分な焼ならしを行っており、また本浸炭窒化層の炭素量が共析炭素量程度であることから極めて少ないと考えられる。

以上より、①、②および③を仮定しても絶対値に大きな影響はないものと考えた。

侵入窒素量(化学分析値、すなわち総窒素量)と[3-1]式から求めた固溶窒素量の関係をFig. 4-12 に示す。侵入窒素量の増加は、固溶窒素量も増加している。侵入窒素量の増加によって焼戻軟化抵抗が向上する(Fig. 4-11)のは、固溶窒素量の増加によることが明らかになった。

Fe-C-N合金の研究^{17,18)}では、残留オーステナイトは540 K 以上で、以下のように分解することが分かっている。

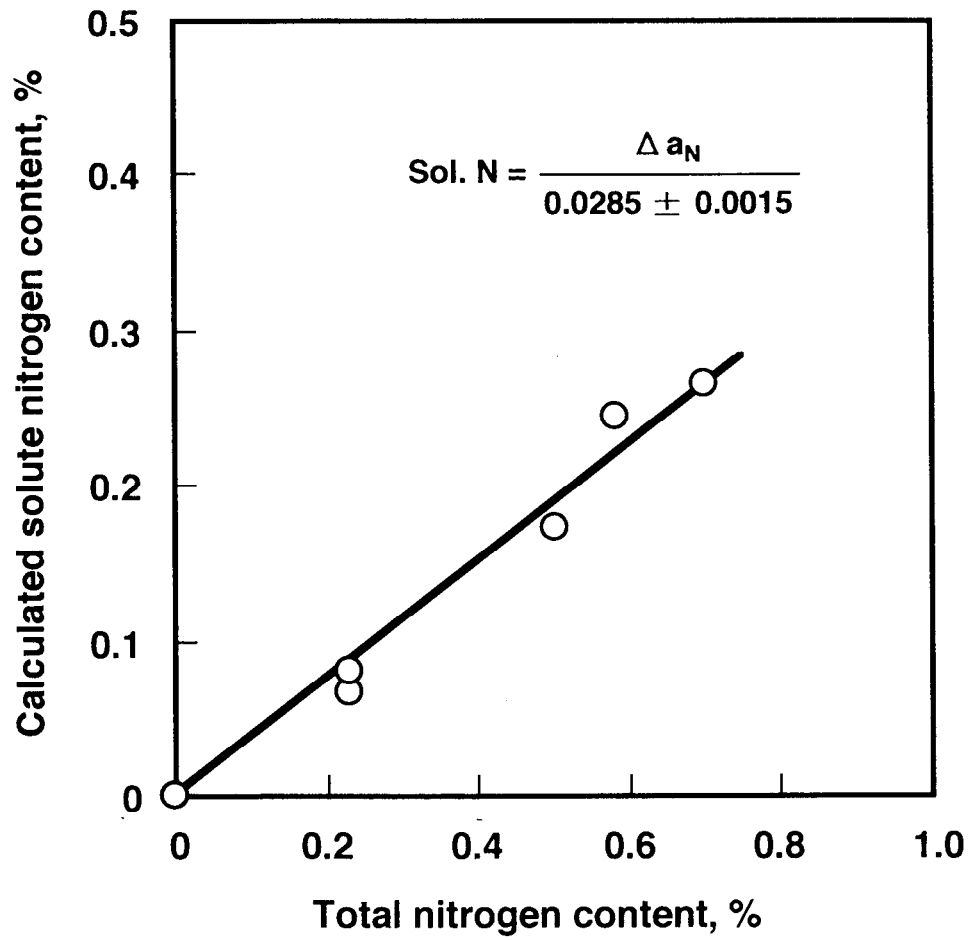
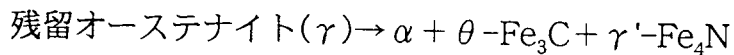


Fig. 4-12 Relationship between total nitrogen content and calculated solute nitrogen content of as-carbo-nitrided JIS SCr420H steel.



この残留オーステナイトの分解による γ' 相の析出が焼戻軟化抵抗に影響していることが考えられる。固溶窒素量の増加によって残留オーステナイト量も増加しているため、540 K以上の焼戻しでは、残留オーステナイトの分解による硬化も加わっているものと考えられる。Fig. 4-12では残留オーステナイト中の窒素の固溶量は考慮していない。しかし、浸炭窒化過程での高温相(オーステナイト単相)に固溶した窒素が焼入れによって過飽和状態にあり、マルテンサイトが無拡散変態であることを考えれば、両相の固溶窒素量に大差はないと考えられる。従って、残留オーステナイト量の差による焼戻軟化抵抗への影響はほとんどないと思われる。

4. 結 言

Cr含有鋼を用い、浸炭窒化組織および焼戻軟化特性に及ぼす窒素量の影響を調べた結果、以下のことが分かった。

- (1) JIS SCr420H鋼において、侵入窒素量が増加すると、残留オーステナイト量が増加し、表面硬さが低下する。特に、侵入窒素量が0.5%以上において、同時に冷却速度が遅いと、500Hv以下にまで低下する場合がある。この原因は、残留オーステナイト量の増加によるものでなく、CrNの多量析出によって周辺の焼入れ性が低下し、ベイナイト状組織を主体とした不完全焼入組織が出現しやすくなったことによる。
- (2) これを回避するには、焼入の冷却速度を向上すること、および窒化物を形成しにくく、焼入れ性を改善するMoの添加が有効である。
- (3) 焼入が十分に行われた場合の焼戻軟化抵抗は、侵入窒素量の増加と共に向上する。これは、侵入窒素量の増加によって固溶窒素量も直線的に増加し、焼戻過程で $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$ の析出量が増加するためであると考えられる。1mass%Cr-0.4mass%Mo鋼では、侵入窒素量が0.67%を超えると二次硬化を示す。

参考文献

- 1) 新美 格, 恒川好樹, 日比野義博, 星野 薫 : 熱処理, 24 (1984) 1, 14.
- 2) 新美 格 : 最新表面処理技術総覧, 産業技術サービスセンター, (1987), 1061.
- 3) 恒川好樹, 新美 格, 星野 薫 : 熱処理, 25 (1984) 5, 242.
- 4) 新美 格 : 日本金属学会報, 7 (1968), 81.
- 5) 例えば, 三原健治, 大林靖忠, 内藤武志 : 熱処理, 16 (1976) 6, 342.
- 6) 奥宮正洋, 恒川好樹, 新美 格, 倉田一美, 室賀 啓 : 日本金属学会誌, 57 (1993) 4, 449.
- 7) 谷口尚司, 村上俊之, 渡辺 敦, 菊池 淳 : 鉄と鋼, 74 (1988) 2, 318.
- 8) 奥宮正洋, 恒川好樹, 新美 格, 亀田弘之 : 日本金属学会誌, 54 (1990) 2, 208.
- 9) 市原睦夫, 各和誠市 : 日本金属学会誌, 30 (1966) 3, 307.
- 10) Ruth Chatterjee-Fischer: Metall. Trans., A, 9A (1978) 11, 1553.
- 11) 後藤 徹 : 講座「X線回折法とその応用」, 日本材料学会材料強度部門委員会 (1973).
- 12) 小峰克郎, 中西英介, 森 宗義 : 材料, 26 (1977) 280, 24.
- 13) Lallemant: Heat Treating, March(1975), 18.
- 14) 澤井 巖, 内田尚志 : 熱処理, 30 (1990) 1, 27.
- 15) 倉部兵次郎, 荒木 透, 河崎 勲 : 鉄と鋼, 51 (1965) 11, 2186.
- 16) 例えば, 泉山昌夫, 他 : 日本金属学会誌, 29 (1965), 427.
- 17) P. Ferguson, K.H.Jack: Scripta Metallurgica, 18 (1984), 1189.
- 18) I. Wierszyllowaki, L. Maldzinski: Proc. Int. Conf. on High Nitrogen Steels (1988), 338.

補遺4A 冷却速度の計算

浸炭および浸炭窒化後の焼入の冷却速度による影響を検討するため、1mass%Cr含有鋼の $\phi 5 \sim \phi 35$ mmの丸棒を、1113 K から453 K の塩浴および277 K 塩水の冷媒に、静止状態で焼入した場合の表層部の冷却曲線を有限要素法に基づく伝熱解析によって推定した。

1. 計算方法

(1) 試験片の熱伝達率 λ (cal/cm²°C)および平均見掛比熱 C (cal/g °C)

JIS SCr420H鋼に比較的近い鋼種である、0.32%C-0.69%Mn-1.09%Cr-0.07%Ni-0.12%Mo-0.07%Cuの値^{4A-1)}を用いた。

(2) 試験片の比重 ρ (kgf/m³)

$\rho = 7850$ (kgf/m³)とした。

(3) 試験片と冷媒間の熱伝達率

各冷媒のH-value (cm⁻¹)^{4A-2)}の補正した値から算出した以下の値を用いた。

453 K 塩浴 : 4584.7 kcal/mm²/h/°C

277 K 塩水 : 12779.4 kcal/mm²/h/°C

323 K 油 : 2418.7 kcal/mm²/h/°C

(4) 計算

有限要素法(使用プログラム：汎用コード名 MARC Ver. K6)による二次元軸対称体熱伝導要素解析を行った。FEMメッシュは、表面から半径方向中心部に向け、500 μ mまで2 μ mピッチとした。

2. 計算結果

φ5mmの丸棒を1113 Kから453 Kの塩浴に焼入した場合(Fig. 4A-1), φ26mmの丸棒を1113 Kから453 Kの塩浴に焼入した場合(Fig. 4A-2), およびφ26mmの丸棒を1113 Kから277 Kの塩水に焼入した場合(Fig. 4A-3)の温度変化を, 例として示す. いずれも, 最表面(曲線1), 深さ10 μm(曲線2), 深さ50 μm(曲線3), 深さ200 μm(曲線4)および深さ500 μm(曲線5)での計算結果を示した. 深さ位置における大きな温度差は見られないが, 冷媒だけでなく試験片サイズによっても冷却速度が大きくなることが判明した.

本研究では, これらの計算結果から, 種々の試験片について, 実際に作成した時の焼入温度1113 Kから, 573 Kまでの平均の冷却速度を求めた(Table 4-2).

(参考文献)

4A-1) 改訂2版 金属データブック, 日本金属学会編, 丸善, p. 115.

4A-2) 改訂5版 鋼の熱処理, 日本鉄鋼協会編, 丸善, p. 20.

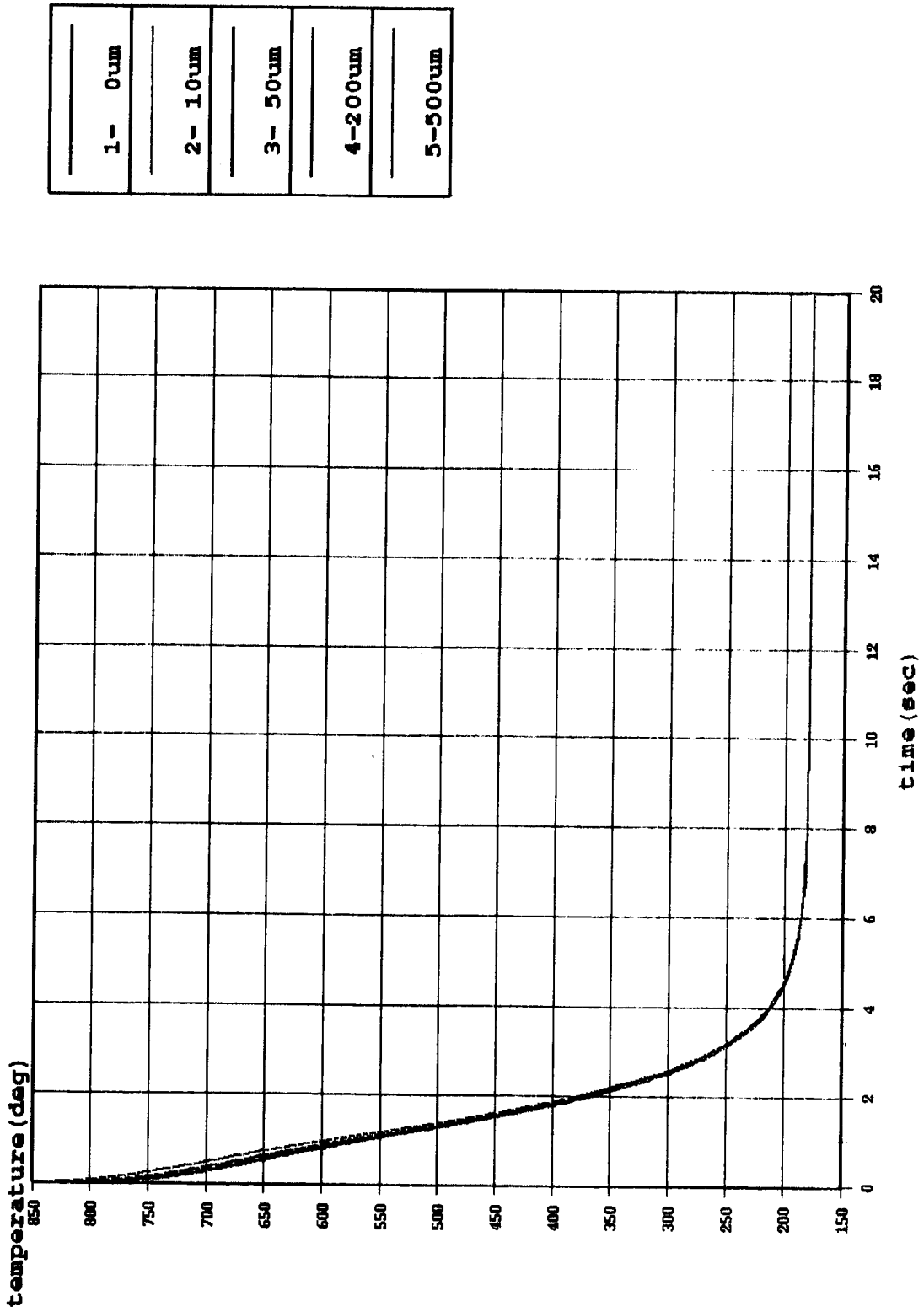


Fig. 4A-1 Calculated cooling curves in surface layer of ϕ 5mm steel bar cooled by 453K-salt.

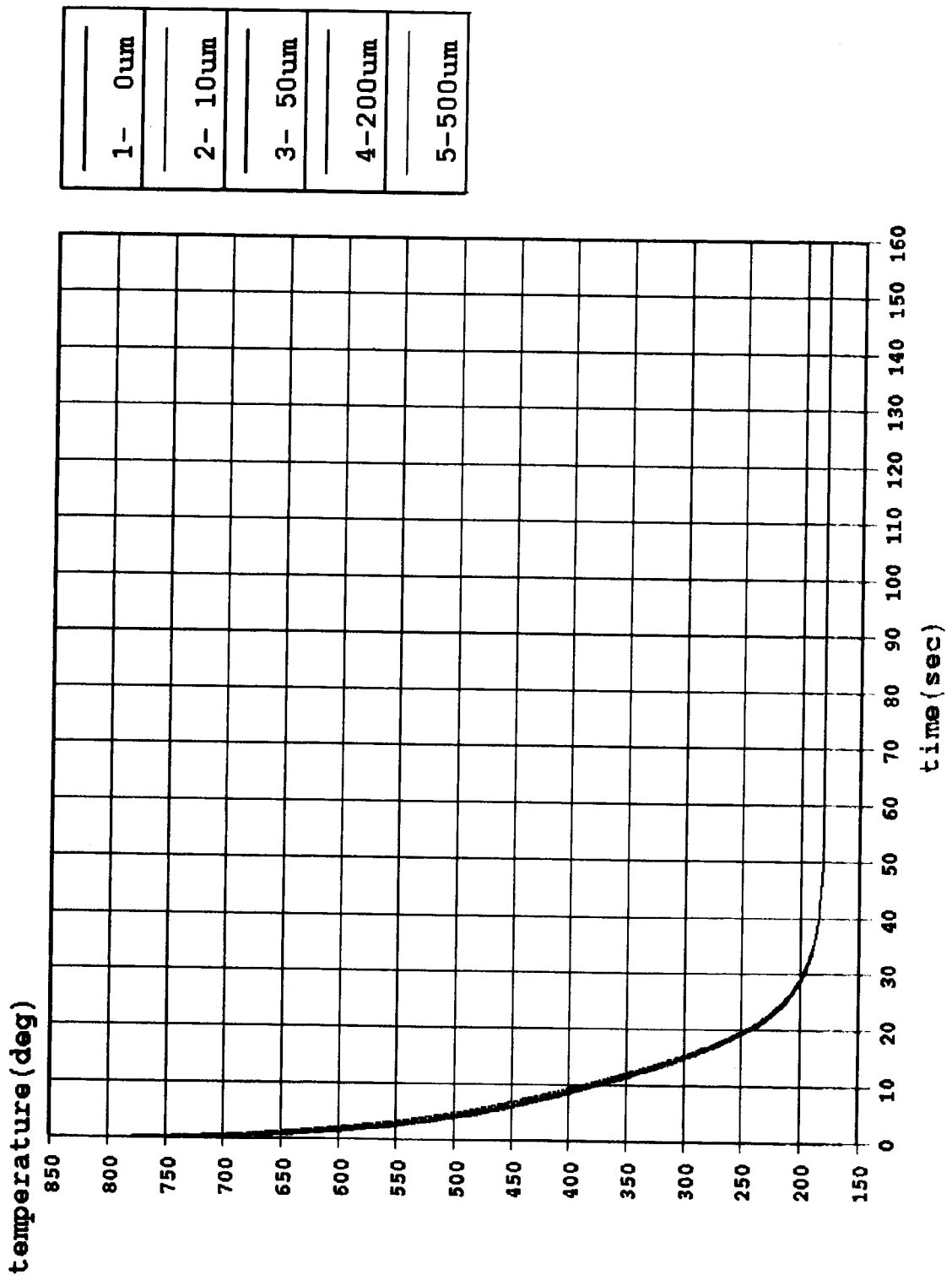


Fig. 4A-2 Calculated cooling curves in surface layer of ϕ 26mm steel bar cooled by 453K-salt.

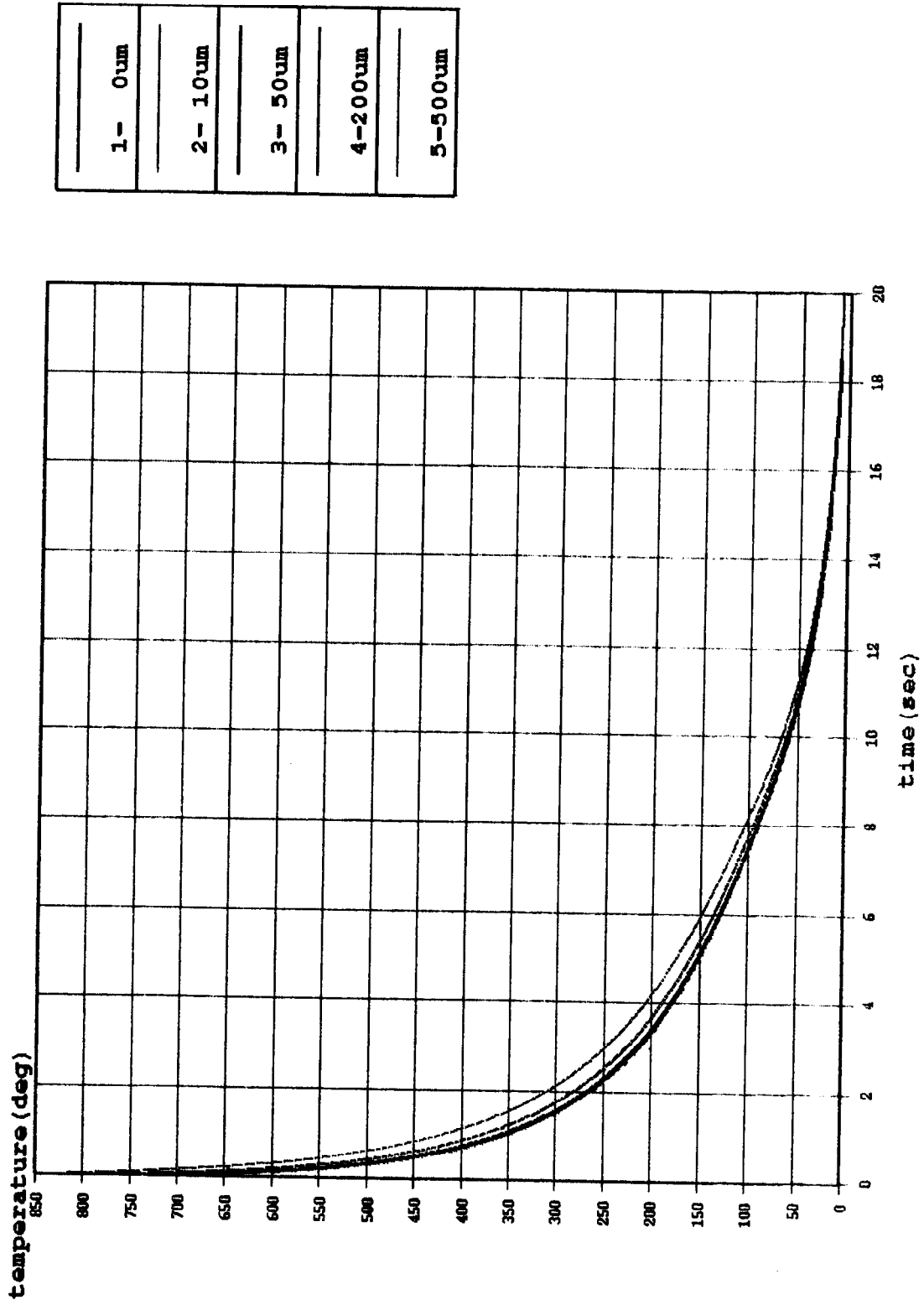


Fig. 4A-3 Calculated cooling curves in surface layer of $\phi 26\text{mm}$ steel bar cooled by 277K-brine.

第五章 浸炭窒化焼入れしたJIS SCr420H鋼の焼戻軟化抵抗および接触疲れ強さに及ぼすショットピーニングの影響

1. 緒言

接触疲れは、転動あるいは転がり疲れとも呼ばれ、転がり軸受の高寿命化を念頭に、純転がり(すべりを伴わない転がり)を中心に古くから研究されてきた。しかし、歯車のように、巨視的に明瞭なすべりを伴う接触疲れ挙動の詳細な研究については、比較的少ないようである。

中村ら³⁾は、浸炭窒化焼入れした鋼の歯車試験および二円筒式ローラーピットティング試験を行い、浸炭焼入材に比し耐ピットティング性が優れること、そしてこの主たる原因が高面圧負荷による残留オーステナイトのマルテンサイトへの変態、および残留オーステナイトによる面圧低減効果⁴⁾によるとしている。

一方、ショットピーニングについては、浸炭材を中心に、耐ピットティング性への影響が種々報告されているが、ピットティング機構そのものが十分には解明されていないこともあり、統一した見解には至っていない。浸炭歯車の実験では研削後のショットピーニングによりピットティング寿命が60%向上する⁵⁾こと、二円筒式ローラーピットティング試験においてもピットティング寿命の向上すること^{6,7)}が報告されており、いずれも圧縮残留応力による効果としている。しかし、ショットピーニングによる寿命向上効果の程度が研究者によって異なることや、その効果が見られない⁸⁾との報告もある。

このように、これまでに、焼戻軟化特性の観点から、接触疲れ特性を検討した研究報告は全く見られない。しかし、近年の自動車用の動力伝達歯車では、すでに述べたように、駆動中の歯面は潤滑状態下においても最高573K程度にまで昇温すると推定され、硬化層の焼戻軟化抵抗は、ピットティングや摩耗などの接触疲れ挙動を検討する際に重要な観点となる。

前章では、浸炭窒化材の焼戻軟化特性に及ぼす窒素量の影響を明らかにした。

そこで、本章では、一般的な歯車用鋼であるJIS SCr420H鋼を用い、浸炭窒化焼入れ後の焼戻軟化抵抗および耐ピットティング性へのショットピーニングの影響、さらに

それぞれの関連性について検討した。

2. 実験方法

2. 1 試験片

本研究に用いた鋼は、第四章で用いたJIS SCr420H鋼と同一である。φ40mmの棒鋼を焼ならし後、長手方向から25×70×5mmの板状試験片および試験部がφ26mmの後述するローラーピッチング試験片を切り出した。浸炭窒化処理は、1173K-19.2ksの浸炭(CP=1.1%)および拡散(CP=0.95%)処理後、1113Kに降温し、CP=0.95%の浸炭性ガス雰囲気中にNH₃ガスを添加して1113K-9ksの処理を行った。浸炭のみの処理は、NH₃ガスを添加しない他は同条件とした。いずれも1113Kから453Kの塩浴(salt: 50%NaNO₃+50%KNO₃)へ焼入れた。試験片の表面から深さ50μmまで採取した切粉を化学分析した結果、浸炭窒化材は、C: 0.57mass%, N: 0.70mass%, 浸炭のみ材は、C: 0.72mass%, N: 0.03mass%であった。浸炭窒化での炭素量が浸炭に比し低い値であったのは、NH₃ガス添加により炉内ガスが希釈されたためと思われる。炭素、窒素濃度分布をEPMA(島津8705L型、分光結晶：炭素検出にはステアリン酸鉛、窒素検出には累積多層膜LSA)により調べた結果をFig. 5-1 に示す。窒素は、深さ約

Table 5-1 Shot- peening treatment.

Machine type	Compressed air
Shot media	Cast steel(φ0.6mm,700Hv)
Blasting pressure	0.4MPa
Arc height(Almen intensity)	0.69mmA
Coverage	≥300%

0.3mmまで侵入していることが分かる。ショットピーニングは、焼入後、Table 5-1に示す条件で行った。すなわち、空気式投射装置を用いて、ショット玉をφ0.6mm、平均硬さ700Hvの鋳鋼玉とし、アークハイト(arc height)値は0.69mmA、カバレッ

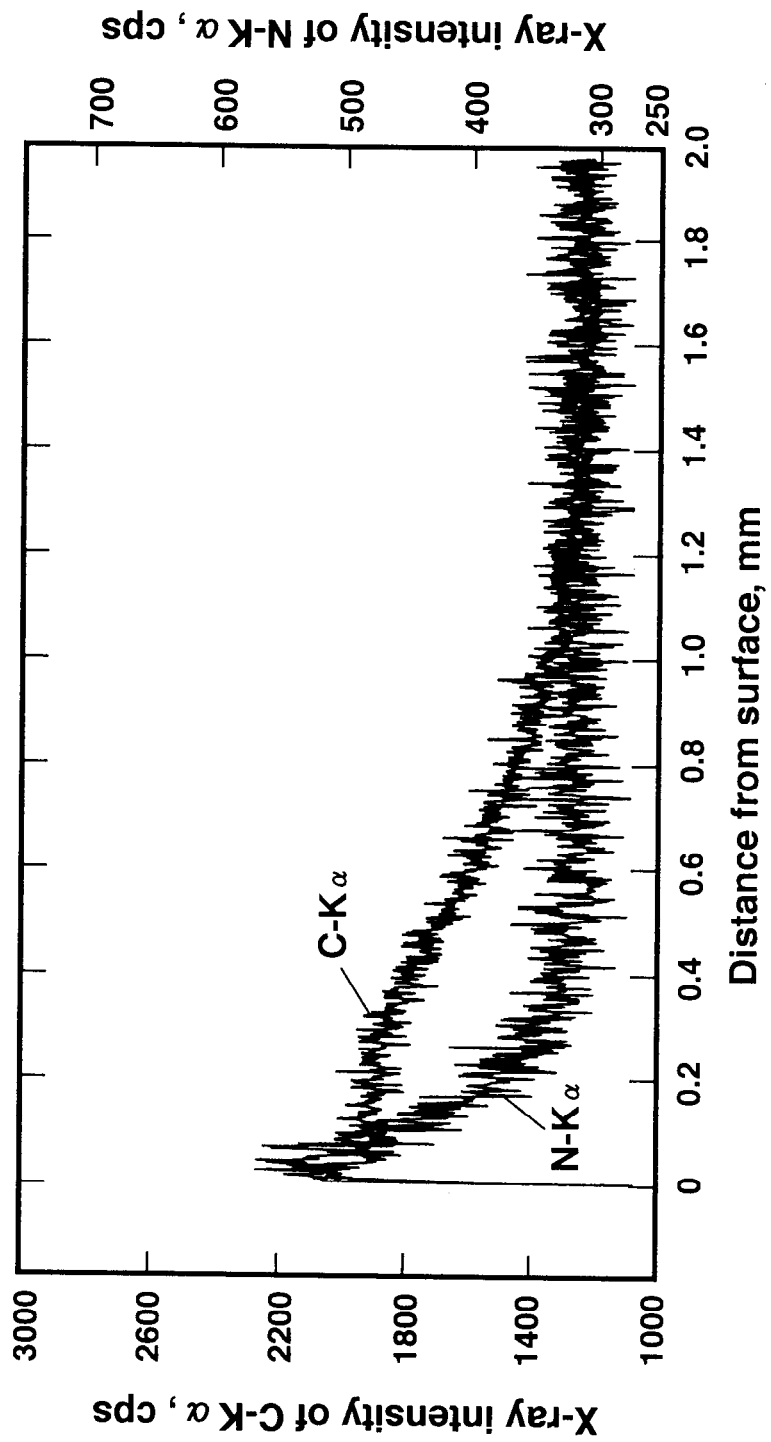


Fig. 5-1 Carbon and nitrogen intensity profiles as a function of depth from the surface analyzed by EPMA.

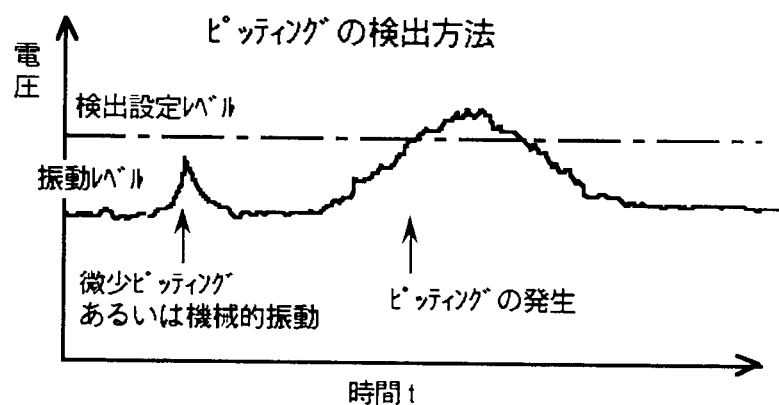
ジ(coverage)は300%以上の処理とした。焼戻軟化抵抗の調査では、焼戻温度を573Kとした。処理時間は、最長86.4ksの予備実験の結果、約10ksまでの硬さ変化が顕著であったため、10.8ksとした。

2. 2 接触疲れ強さ試験

接触疲れ強さの評価には、二円筒式ローラーピitting試験機（コマツエンジニアリング社製，RP-201型）を用いた。試験機の外観および横断面の概略図をFig. 5-2に示す。接触面圧は、最大4.4GPまで負荷可能であり、試験片の回転は、インバーター可変型で最大2000rpmまで設定可能な仕様となっている。試験片は、表面の粒界酸化層ならびに表面粗さの影響を排除するために、すべて深さ50 μ mまで研削し、Fig. 5-3(a)に示す形状に仕上げた。触針式粗さ計による長手方向測定では、最大粗さ(Rmax)は、いずれも0.7 μ m以下であった。試験は、Fig. 5-3に示すように試験片ローラーを ϕ 130mm、接触面のクラウニング(R)150mmの大ローラーと接触させ、駆動中の歯面を想定して、接触面圧（最大ヘルツ面圧）3.68GPa[補遺5A参照]、回転数1050rpmとした。すべりについては、Fig. 5-2 (b),(c)の試験機左端に示した、2枚の歯車の組合せを変えることによって駆動および従動軸の回転数が変わり、接触面にそれを与えることができる構造になっている。本実験では、 $\{(v_1-v_2)/v_1\} \times 100$ 、ここで v_1 ：試験片の周速、 v_2 ：大ローラーの周速、で与えられる-40%の一定すべりを与えた。すなわち、試験片の周速は、1.43m/s、すべり速度はその逆方向に0.57m/sである。接触面には、自動車のトランスミッション用の作動油を353 \pm 5 Kに保ちながら常時20/min 接触面に噴射し給

油させた。

ピittingの検出は、荷重アームに取り付けた振動センサーによる方法を採用した。すなわち、最小検出加速度0.1G、応答周波数40Hz \sim 8kHz(-3dB)の振動



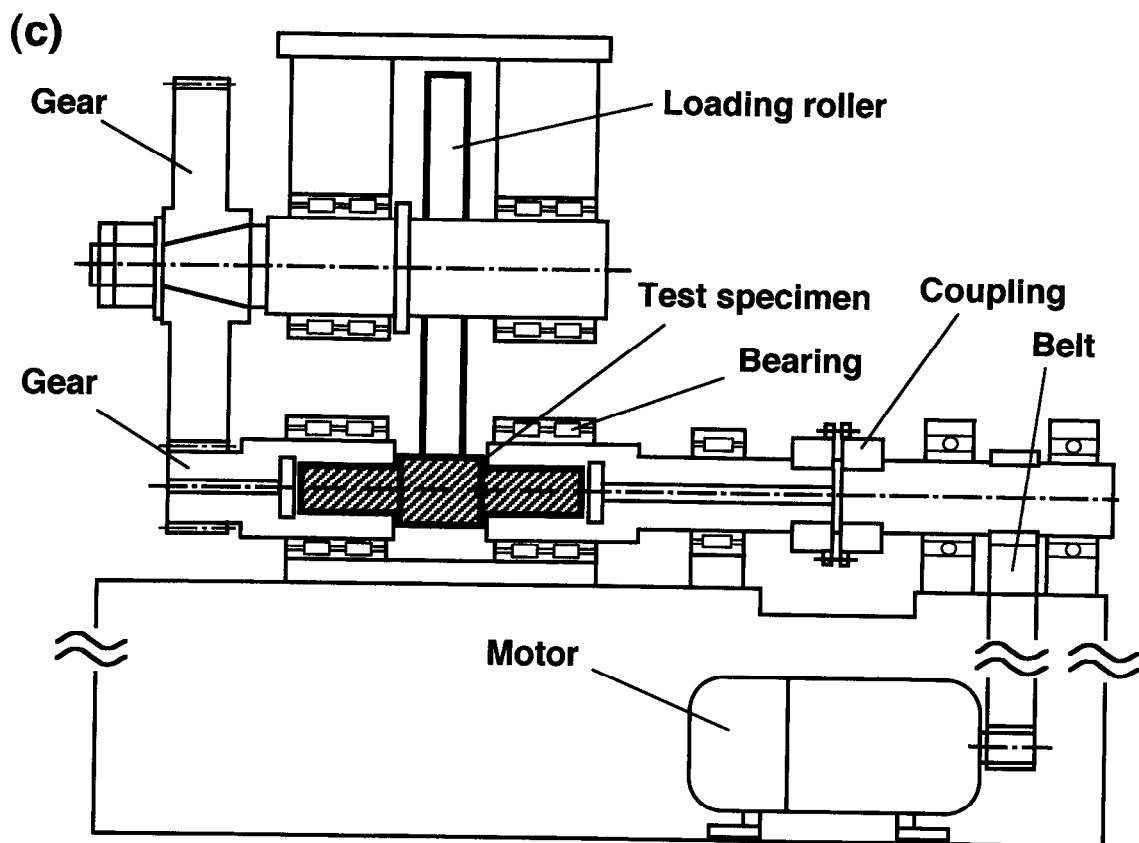
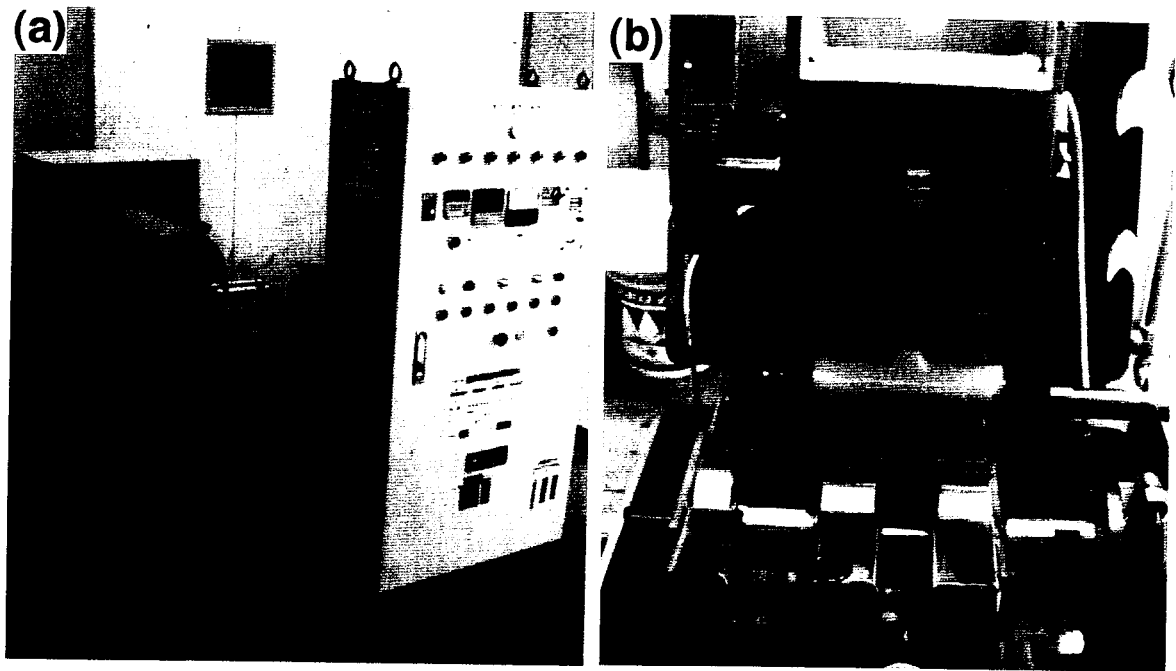


Fig. 5-2 Roller-pitting fatigue test apparatus; (a) external view , (b) test specimen and loading-roller arrangement , (c) schematic explanation.

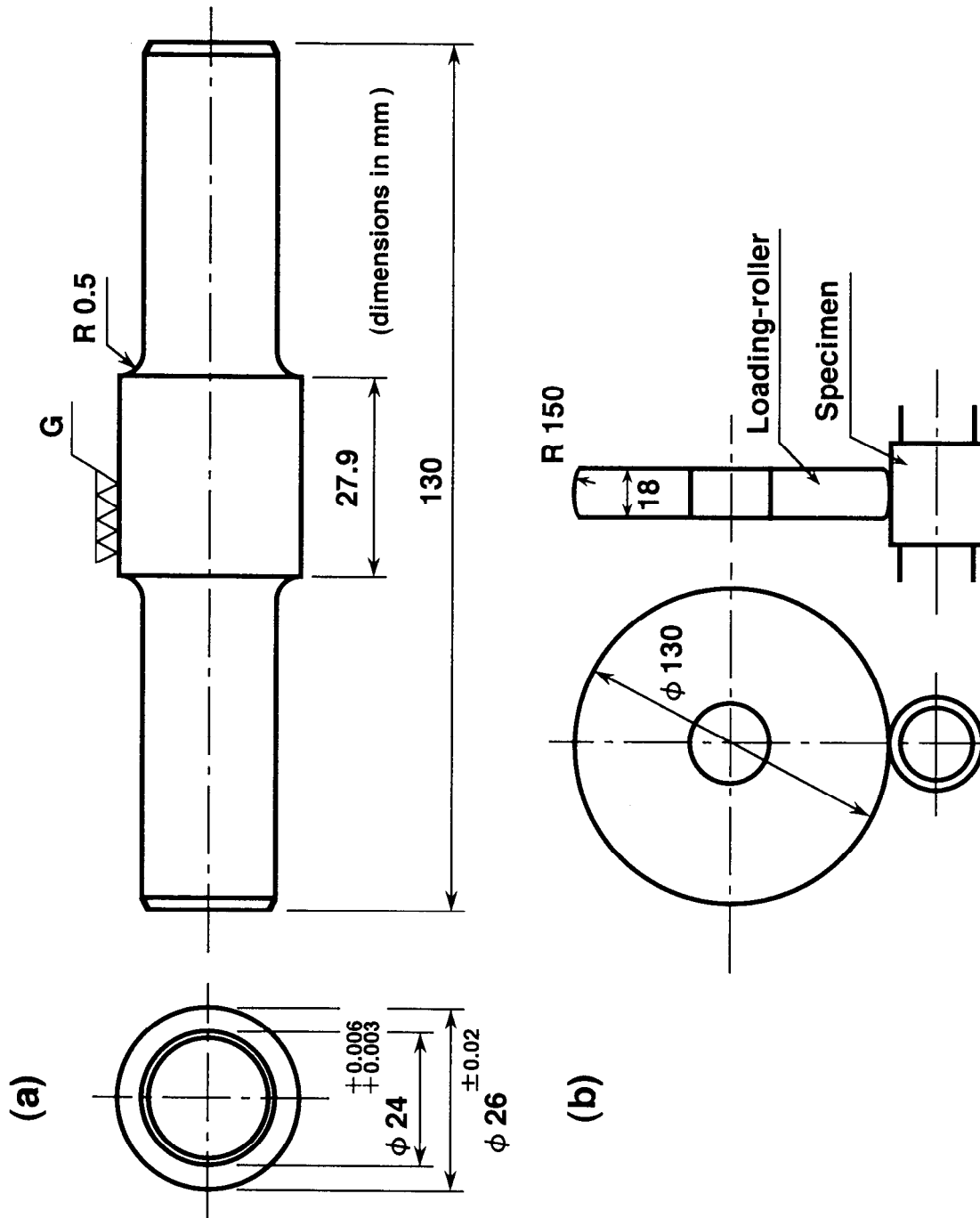


Fig. 5-3 Roller-Pitting fatigue test condition; (a) shape and dimension of specimen, (b) specimen and loading-roller arrangements.

センサーを用いて、下図に示すように、振動を電圧に変換し、ある設定レベル以上の電圧となる場合をピittingと判断し、直ちに機械を自動停止させ、その時点での回転数(cycles)をピitting寿命とした。設定レベル(検出振動レベル)は、すでにピittingの発生している小ローラー(擬似試験片)を用いて実際に振動を測定し、最適値に調整した。

なお、第二章で述べた動力循環式歯車疲労試験を用いた実験と同じ方法で、耐ピitting性の確認実験も行った。

3. 実験結果および考察

3. 1 硬さ分布

板状試験片の断面の硬さ分布をFig. 5-4(a),(b)に示す。焼入れまま(Fig. 5-4(a))では、浸炭窒化材は浸炭のみ材に比し深さ約0.3mmまで硬さが最大約100Hv低下している。これは後述するように、残留オーステナイトの増加によるものである。しかし、573Kでの焼戻後は、浸炭窒化は浸炭のみに比べ、軟化量が約150Hvも小さいため、最高硬さは逆に約60Hv硬い。この優れた軟化抵抗を示す深さは、約0.3mmであり、窒素が侵入している深さとほぼ一致している。一方、焼入れ後ショットピーニングを行うと(Fig. 5-4(b))、加工硬化および残留オーステナイトのマルテンサイト化により浸炭窒化と浸炭のみの硬さの差はほとんどなくなる。しかし焼戻後では、浸炭窒化と浸炭との差がより大きくなり、浸炭窒化の方が最高硬さで約150Hvも硬い。これは、浸炭窒化層の軟化抵抗が、その後のショットピーニングによりさらに向上したことを示している。このショットピーニングによる効果が顕著なのは、深さ約0.1mmまでである。ここでの窒素量は、EPMAのX線強度比から約0.5mass%以上と推定され、通常の浸炭窒化の窒素量(0.1~0.4mass%)よりも高い。

3. 2 ミクロ組織

2%ナイトールエッチングした表層部について光学顕微鏡観察した組織をFig. 5-5に示す。浸炭窒化ままは、浸炭のみに比し非常に緻密な焼入れ組織を呈しているが、黒く

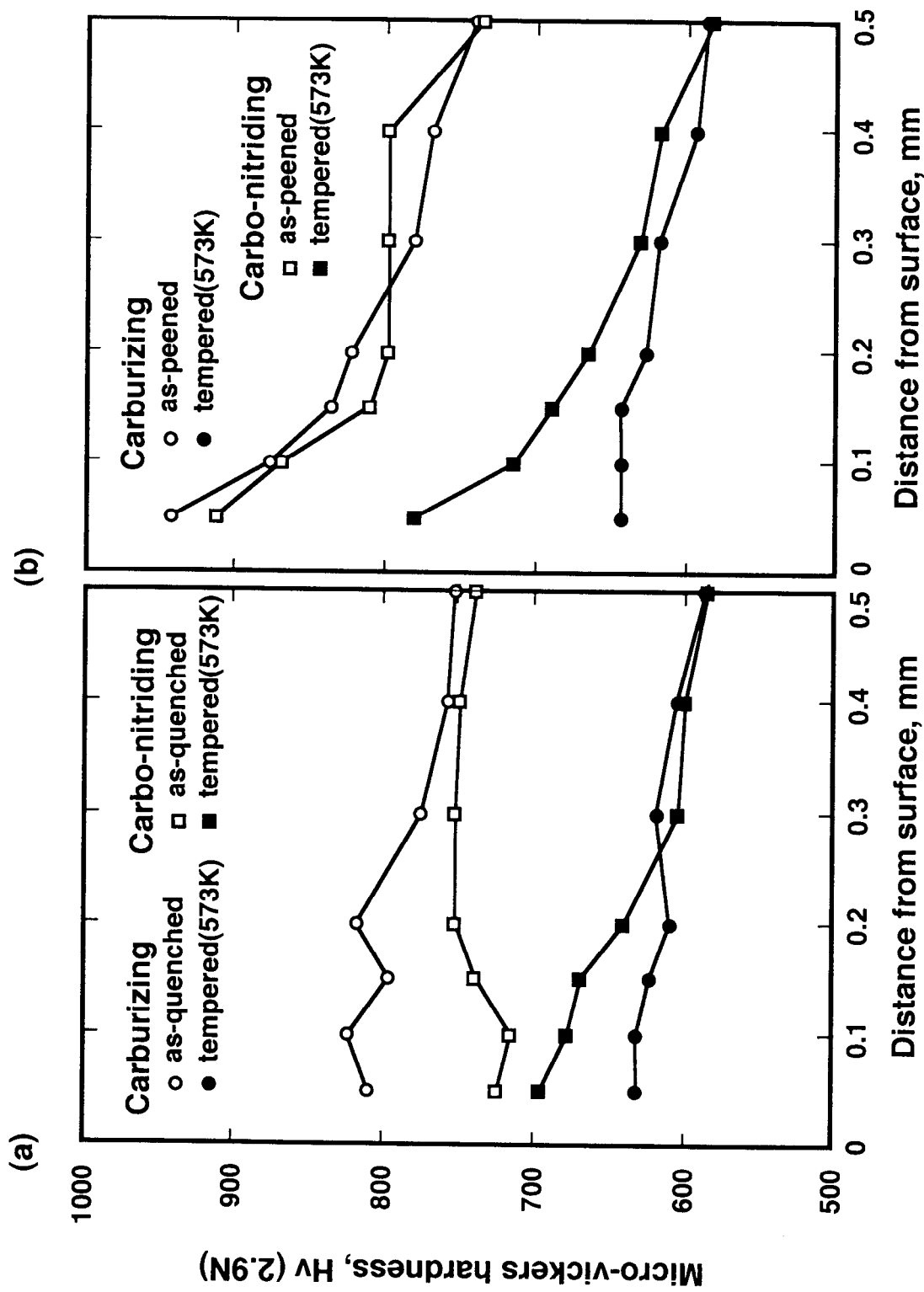
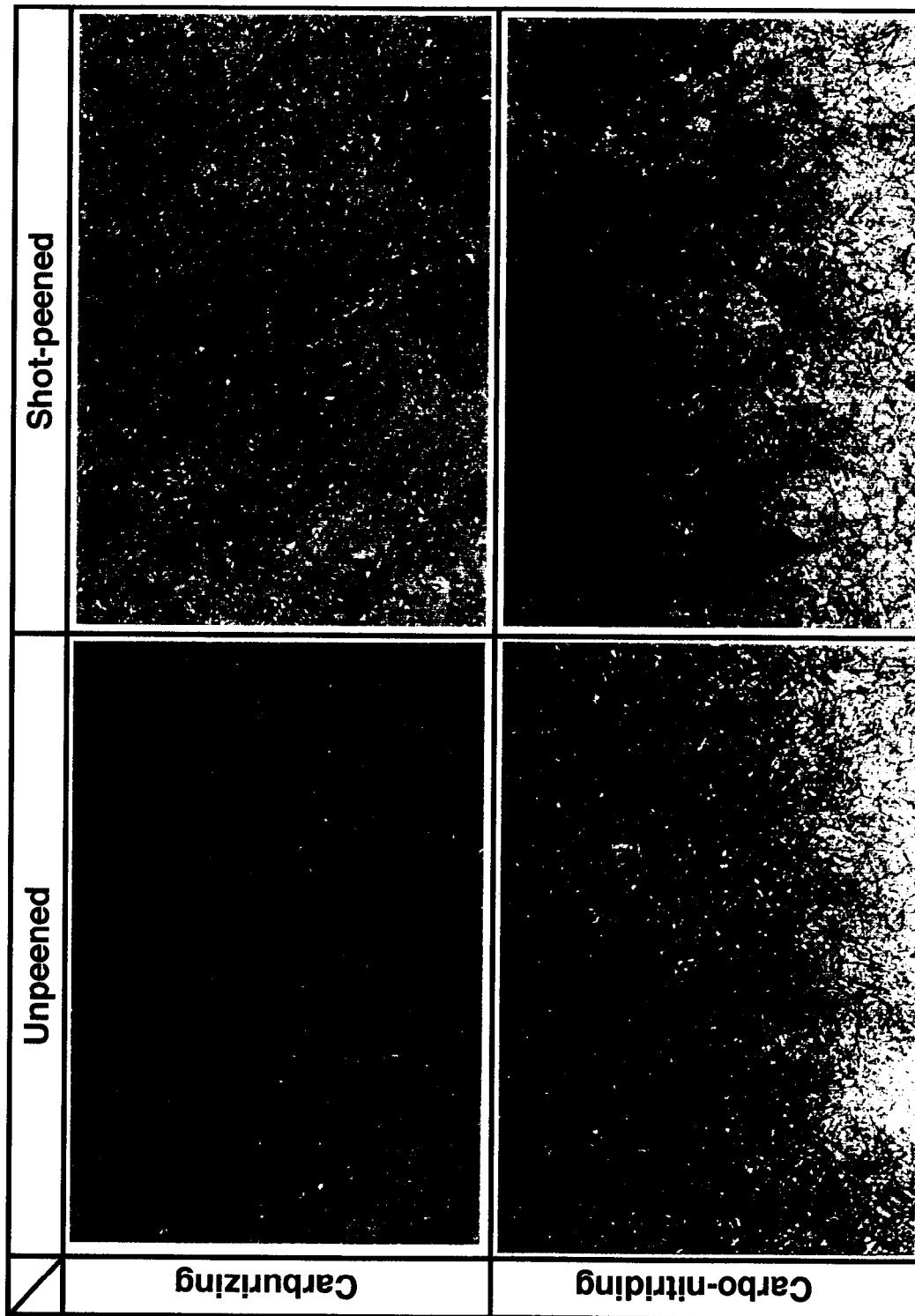


Fig. 5-4 Hardness profiles as a function of depth from the surface; (a) unpeened, (b) shot-peened, before and after tempering at 573K of the carburized or carbo-nitrided JIS SCr420H steel.



50 μ m

Fig. 5-5 Optical micrographs for cross-section of the surface layer in the JIS SCr420H steel carburized or carbo-nitrided.

エッチングされやすい組織である。残留オーステナイト(三角形状に見える白色層)も微細ではあるが多い。ショットピーニング後は、残留オーステナイトが応力誘起マルテンサイトに変態し減少していると思われる。さらにTEM(加速電圧：200kV)により詳細な観察を行った。Fig. 5-6(a)-(c)は、浸炭窒化ままおよびその後ショットピーニングを行った試料の深さ約40 μ m位置のTEM写真である。Fig. 5-6(a)の浸炭窒化ままで見られる、矢印の微細粒状析出物は、抽出残渣での制限視野電子線回折からCrN⁹⁾であることが分かった。エッチングされやすいのは、このCrNの析出に起因するものと思われる。Fig. 5-6(b)は浸炭窒化ままの別の視野の暗視野像である。白く見えるのが残留オーステナイトである。微小焦点X線回折装置(Cr-K α , 40kV-30mA)を用いた、 α (211), γ (220)面回折の積分強度に基づく残留オーステナイト量の測定では、浸炭のみの約18%に対し浸炭窒化ままだ約30%であった。Fig. 5-6(c)は浸炭窒化焼入れ後ショットピーニング処理した試料である。マルテンサイト晶中に微細双晶が多く、転位密度も焼入れままに比し極めて高い様子が分かる。残留オーステナイト量はX線回折から、約6%にまで低減していることが分かった。

573Kの焼戻後は、ショットピーニング有無いずれの試料も、多量のFe₃Cが析出した組織であり、Fe₃C以外の析出相を分離して同定することは困難であったが、CrNは形態、量共に変化は見られなかった。

3. 3 マトリックスの格子定数の変化と固溶窒素量

浸炭窒化層は、浸炭のみに比べ焼戻軟化抵抗が高いことが、前章で明らかとなった。まずこの原因を確認するため、第二章で述べた方法と同様に、表面のマトリックス(α 相)の格子定数を、X線ディフракトメーター(Cu-K α , 40kV-40mA)による、 α 相の(110), (200), (211), (220), (310) および(220) 回折の面間隔から、 $\cos^2\theta$ 外挿法により求め、その焼戻しによる変化を調べた。その結果から、焼入れままと種々の温度での焼戻後の、浸炭のみ材と浸炭窒化材の格子定数との差 Δa (=浸炭窒化の格子定数-浸炭のみの格子定数)を求めて、焼戻温度の上昇による Δa の変化を示したのがFig. 5-7である。焼入れままでは、 Δa は大きな正の値を示す。すなわち、浸炭窒化は、浸炭のみに比し炭素量が少ないにもかかわらず格子定数は $3.4 \times 10^{-3} \text{ \AA}$ も大きい。しかし、

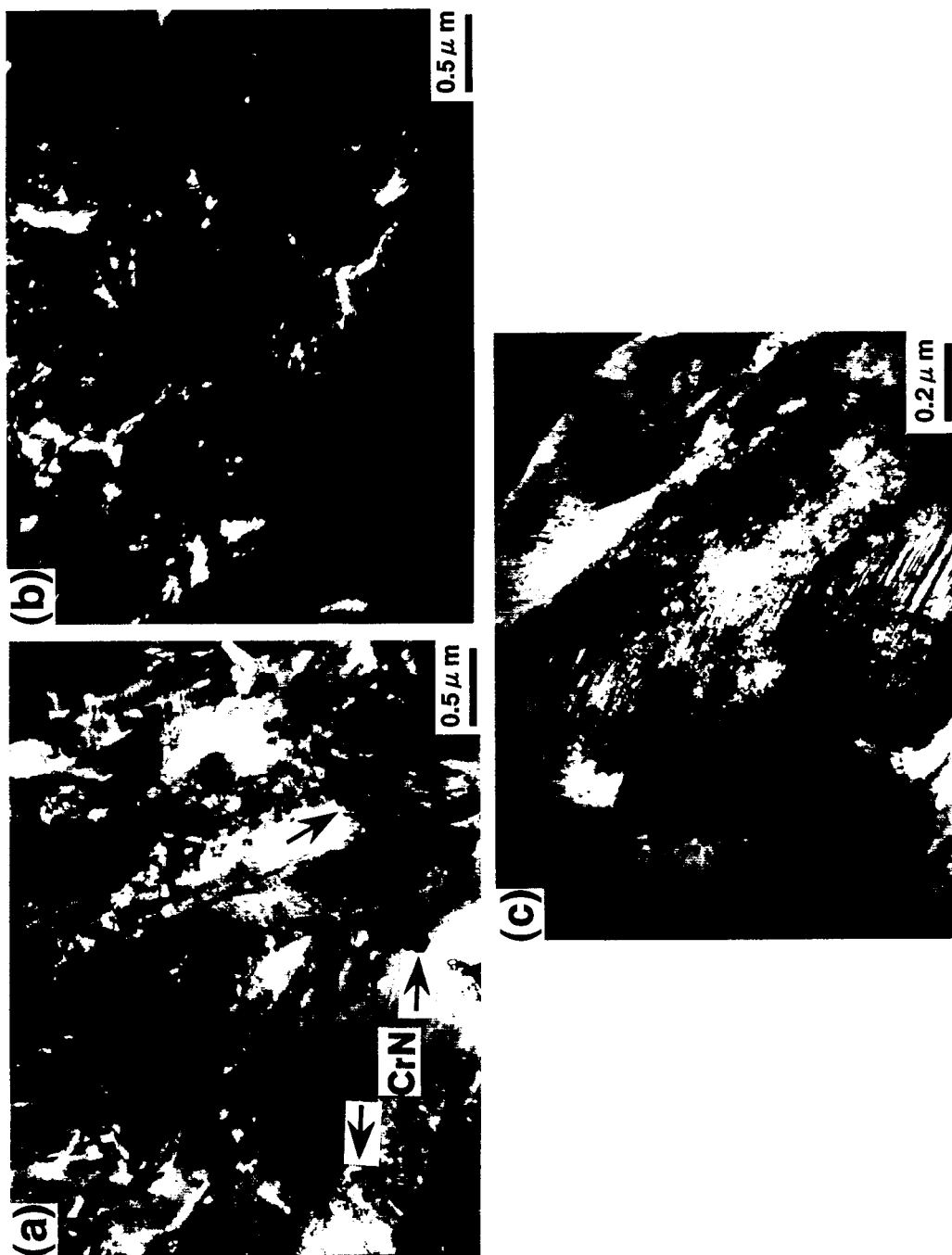


Fig. 5-6 TEM micrographs at a depth of 40 μm from the surface of the JIS SCr420H steel; (a) as carbo-nitrided, (b) dark-field image showing retained austenite in as carbo-nitrided condition, (c) shot-peened after carbo-nitriding.

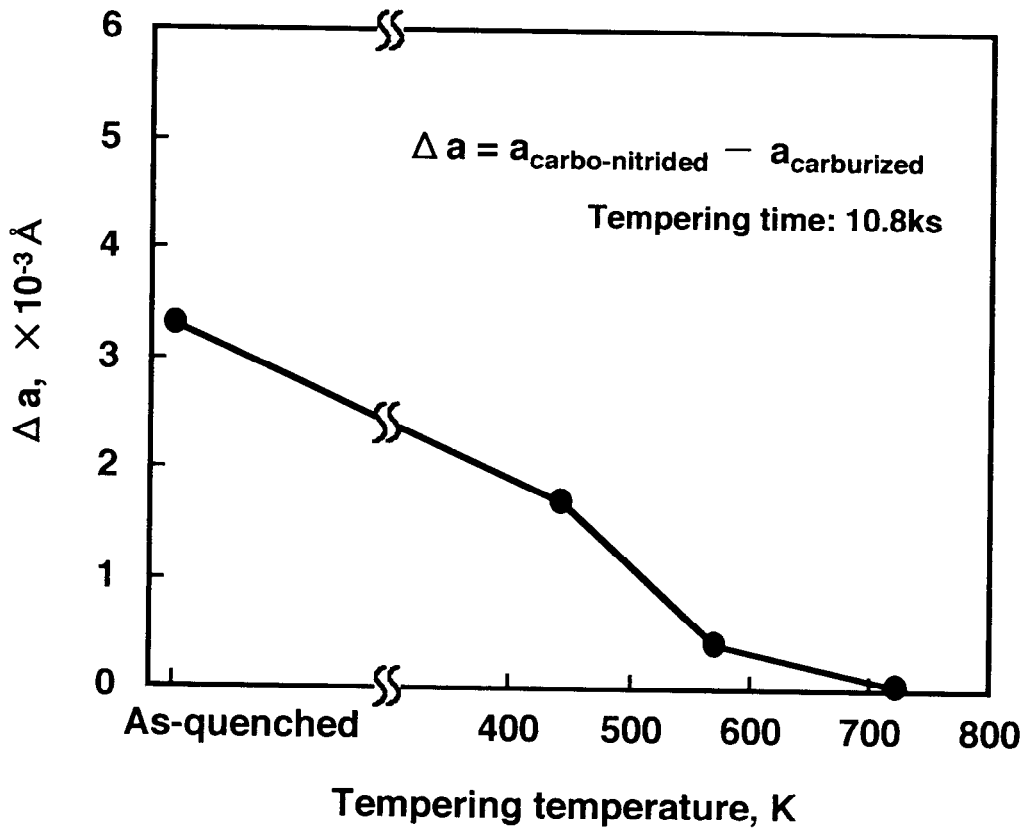


Fig. 5-7 Differences in lattice parameter between carbo-nitrided and carburized layer, Δa , as a function of tempering temperature.

焼戻温度の上昇と共に減少し、約573K以上では Δa はほぼ0、すなわち浸炭のみとほぼ同じ値になる。これは、焼入れままのマトリックス中に過飽和に固溶していた窒素が、焼戻しにより窒化物として析出し、約723Kの焼戻しでほぼ析出し終わることを示唆している。固溶窒素のみによる α 格子定数の増分(Δa_N)を示す[3-1]式、 $\Delta a_N = 0.0285 \pm 0.0015$ (Å/mass%N) から計算すると、少なくとも約0.12mass%の窒素が723Kの焼戻しにより窒化物として析出したと推定される。本浸炭窒化処理では、浸炭のみに比し、格子定数の増大に寄与する炭素量が約0.15%少ないため、実際には、もっと多くの窒素が固溶していると思われる。固溶していない窒素の多くは、1113Kでの浸炭窒化および焼入れの冷却過程に、主にCrNとして析出したものと考えられる。

3. 4 X線回折

ここでは、浸炭窒化焼入れままと573Kで焼戻した試料を、深さ50 μ mまで電解研磨した後、表面のX線回折(Cu-K α , 50kV-150mA)を行った。結果を、Fig. 5-8(a), (b)に示す。焼入れまま(Fig. 5-8(a))に対し、焼戻後(Fig. 5-8(b))では、残留オーステナイトが消滅し、Fe₃Cが析出すると共に γ' -Fe₄Nの析出が明瞭に認められた。Fe-N系¹¹⁻¹³⁾およびFe-C-N系^{14,15)}マルテンサイトの焼戻過程では、 γ' -Fe₄Nが析出する以前の423K~523K¹⁶⁾で、準安定 α'' -Fe₁₆N₂¹¹⁾が析出し、硬さが向上するとされている。本試料でも、微細 α'' -Fe₁₆N₂が析出すると考えられるが、573Kの焼戻しでは γ' -Fe₄Nに置き換わっているようである。なお、深さ50 μ m~100 μ mで最も析出量の多いCrNの回折強度は、焼戻後もほとんど変化が見られない。以上より、塩浴焼入れした本浸炭窒化層においても、優れた焼戻軟化抵抗を示した主たる原因が、第二章で述べた γ' -Fe₄Nを主体とした窒化物による析出硬化によることが確認できた。

次に、浸炭のみでは、焼入れ後ショットピーニングを行っても、573Kの焼戻しにより、ショットピーニングを行わなかった場合とほぼ同じ程度まで軟化した。これはショットピーニングにより導入された転位が、573Kでの焼戻過程でほぼ完全に回復したことを意味する。しかし、浸炭窒化では焼入れ後のショットピーニングにより、それを行わない場合に比べ、焼戻後も明らかに高い硬さを示した。これは、焼戻しによ

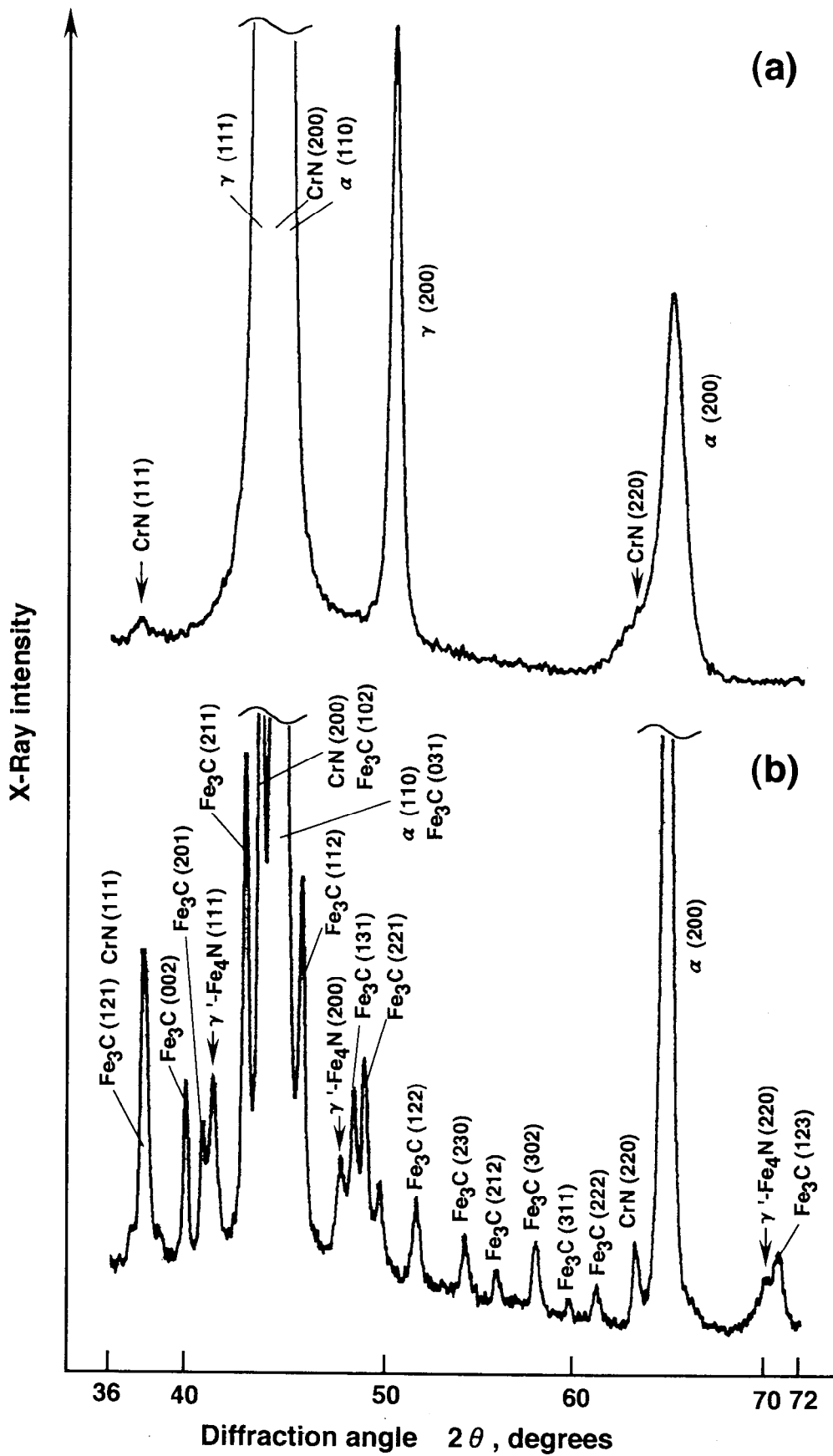


Fig. 5-8 X-ray diffraction patterns of carbo-nitrided layer at a depth of $50 \mu\text{m}$ from surface; (a) as-carbo-nitrided, (b) tempered at 573 K for 10.8 ks after carbo-nitriding.

り、窒化物が主として転位上に析出¹⁷⁾すること、および窒素原子による転位の固着作用により、転位の回復が遅延したことが可能性として考えられる。

3. 5 ローラーピitting試験結果

試験前のローラーピitting試験片($\phi 26\text{mm}$)の表層部の詳細をTable 5-2 にまとめた。圧縮残留応力値は、深さ約 $150\ \mu\text{m}$ まで約 $25\ \mu\text{m}$ 間隔で電解研磨し、微小焦点X線回折装置により円周方向(軸方向に垂直)の値を各深さにて測定した最大値である。浸炭窒化塩浴焼入れまま(処理C)の表面硬さが著しく低い。この原因には、板状試験片($t=5\text{mm}$)に比べ、マス効果によって表層部の冷却速度が低下したため、残留オーステナイト量が増加したことが挙げられる。窒素の固溶によりMsならびにMf温度が大きく低下¹⁸⁾する浸炭窒化層では、その傾向が著しいと思われる。しかし最大の原因は、第四章で述べた、多量のCrNの析出に起因するベイナイトを主体とした不完全焼入組織が出現したことであると思われる。そこで、 277K の塩水に焼入れし、焼入硬さを向上させた(処理E~H)試験片も作成し、結果を併せてTable 5-2 に示した。なお、以下で述べるローラーピitting試験結果の平均寿命も併記した。

ピittingは、試験片である小ローラーの表面にのみ発生した。発生したピittingの典型例を、Fig. 5-9(a)-(d)に示す。いずれのピittingも、回転方向と逆方向、すなわちすべり方向に拡大した破損となっており、第一章で示した実際の歯車の表面に発生したピittingと極めてよく類似している。しかし、浸炭窒化材は、浸炭材に比較しピittingのサイズが小さい場合が多かった。

各ピitting寿命をワイブルプロットした結果をFig. 5-10(a),(b) に示す。Fig. 5-10(a)の塩浴焼入れでは、浸炭のみ(処理A)は、ショットピーニングを行って(処理B)も累積破損率50%での寿命(以下単に平均寿命)の向上は2倍程度でしかない。一方、浸炭窒化まま(処理C)は最も平均寿命が低い。しかし、ショットピーニングを行うこと(処理D)によって、平均寿命が約25倍向上し、最も高寿命となった。Fig. 5-10(b)の塩水焼入れの場合、浸炭のみではショットピーニングの効果はほとんどない(処理Eと処理F)。浸炭窒化まま(処理G)は、浸炭のみ(処理E)に比し約2.5倍、ショットピーニング(処理H)によりさらに約3.6倍以上平均寿命が向上している。また試験後の表面は、

Table 5-2 List of various properties of surface layers of specimens for roller-pitting test (prior to the test) and average life.

treatment	surface contents (%)	surface hardness (Hv)	amount of retained austenite ¹⁾ , γ_R (%)	residual stress ²⁾ , σ_R (MPa)	effective case depth ³⁾ (mm)	average life ⁴⁾ (cycles)
A: carburizing (SQ)	0.72C-0.03N	795	25.4	-343	0.68	4.3×10^5
B: carburizing (SQ) + shot-peening	0.72C-0.03N	950	7.9	-1110	0.52	8.5×10^5
C: carbo-nitriding (SQ)	0.60C-0.71N	542	45.7	-203	0.72	1.8×10^5
D: carbo-nitriding (SQ) + shot-peening	0.60C-0.71N	838	20.3	-668	0.73	4.5×10^6
E: carburizing (BQ)	0.76C-0.08N	872	21.8	-574	1.20	4.05×10^5
F: carburizing (BQ) + shot-peening	0.76C-0.08N	954	4.2	-1328	1.25	3.9×10^5
G: carbo-nitriding (BQ)	0.69C-0.56N	840	21.9	-475	1.32	1.05×10^6
H: carbo-nitriding (BQ) + shot-peening	0.69C-0.56N	951	12.2	-783	1.20	3.8×10^6

SQ: salt-quenching, BQ: brine-quenching,

1) values at surface,

2) maximum values at a depth up to 0.15 mm,

2) ≥ 513 Hv,

4) pitting life for a cumulative failure probability of 50%.

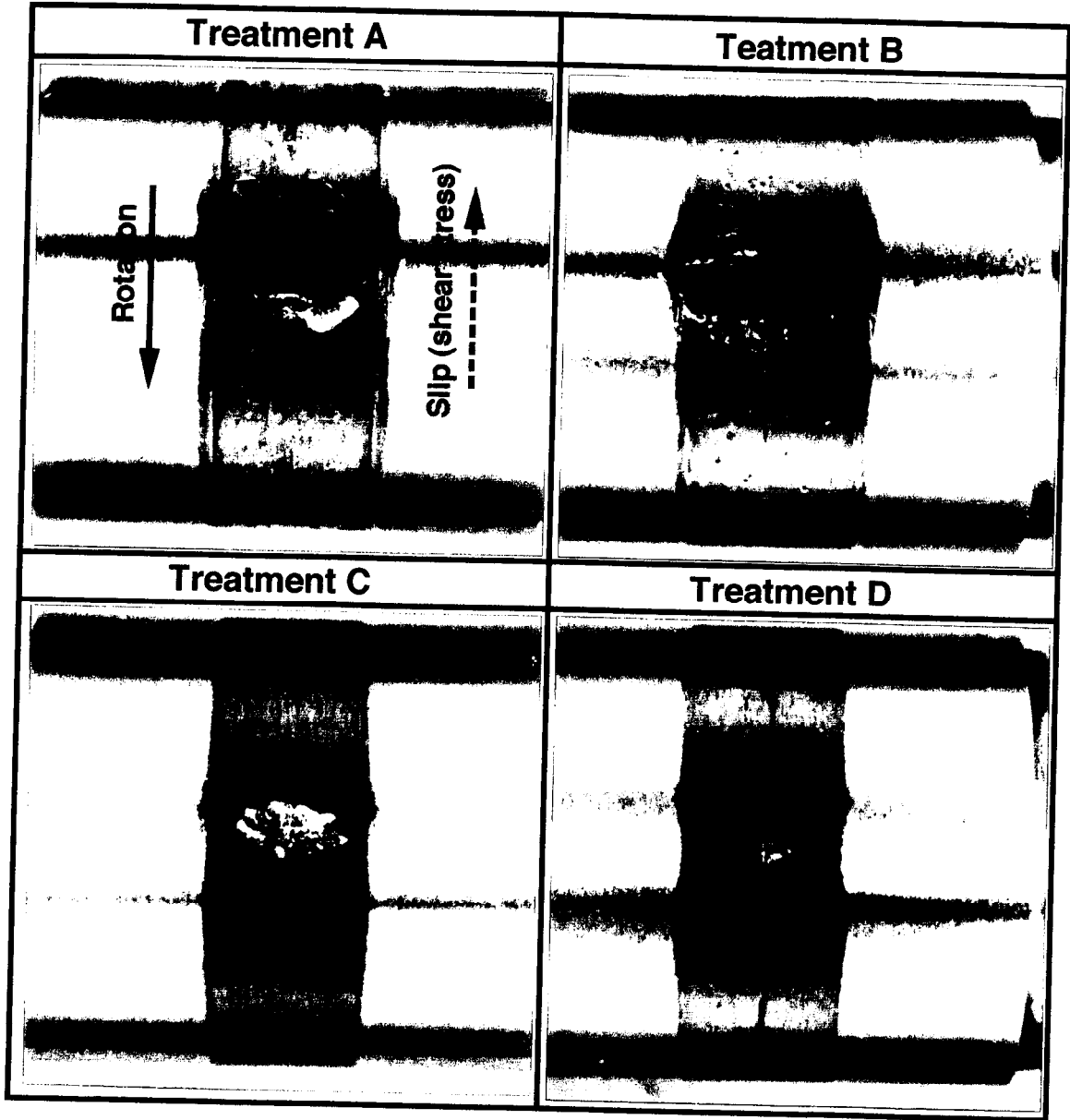


Fig. 5-9 Examples of typical surface fractures of specimens after roller-pitting test.

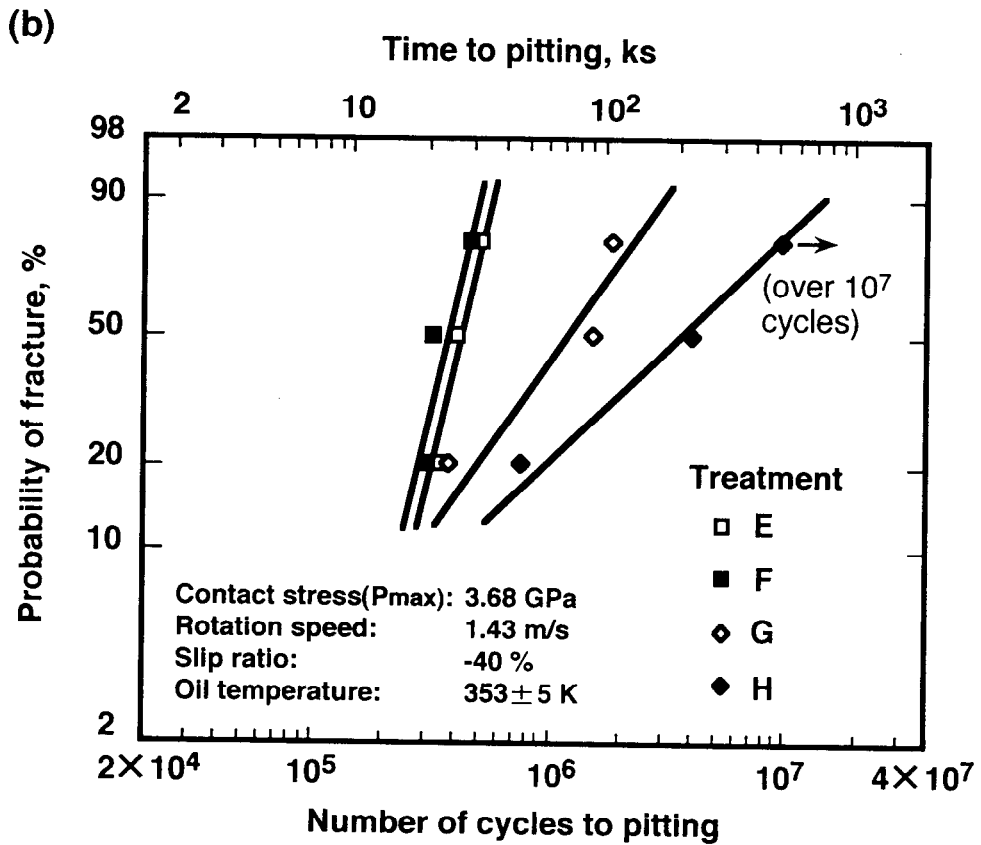
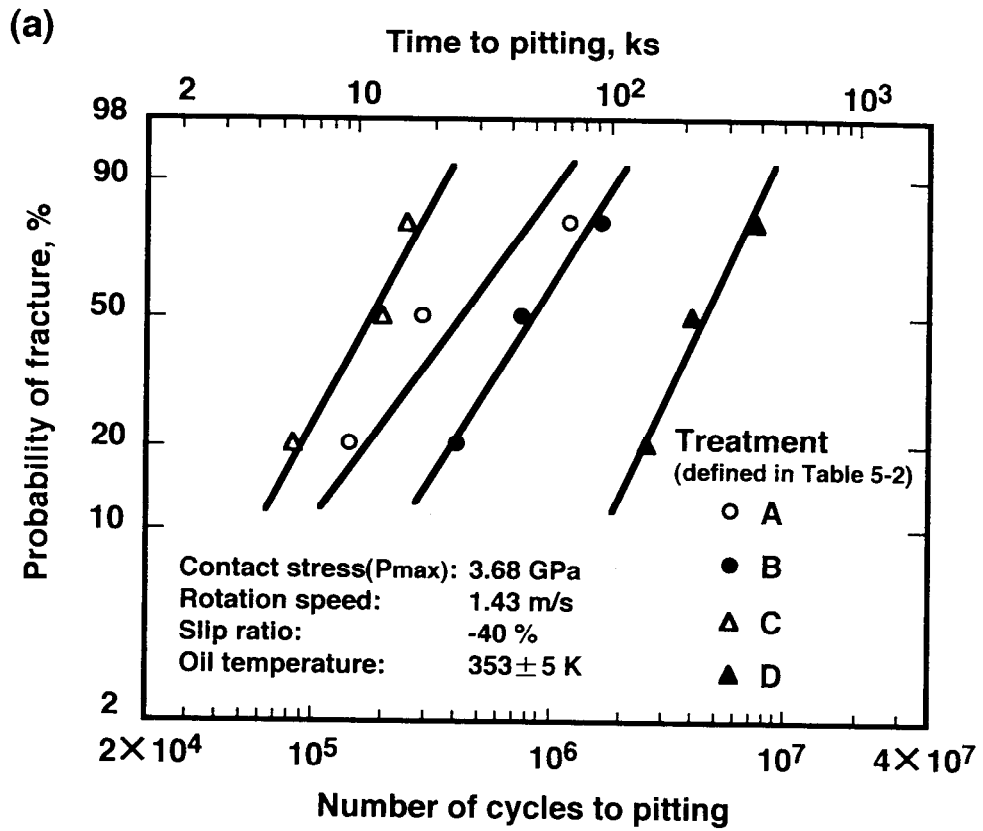


Fig. 5-10 Weibull distribution of the results of roller-pitting fatigue test;
 (a) salt-quenched, (b) brine-quenched.

いずれも暗紫色から鈍青色の酸化膜が形成していたこと、およびローラーピitting試験の接触応力に関する有限要素法を用いた解析結果¹⁹⁾から、接触表面温度は573K近くにまで昇温していたと推定される。

処理Eと処理Gとを比較した場合、Table 5-2 に示すように表面硬さ、残留オーステナイト量および圧縮残留応力のいずれも大差がないことから、処理Gの約2.5倍という平均寿命差は、固溶窒素による軟化抵抗すなわち窒化物の析出強化による効果と考えられる。

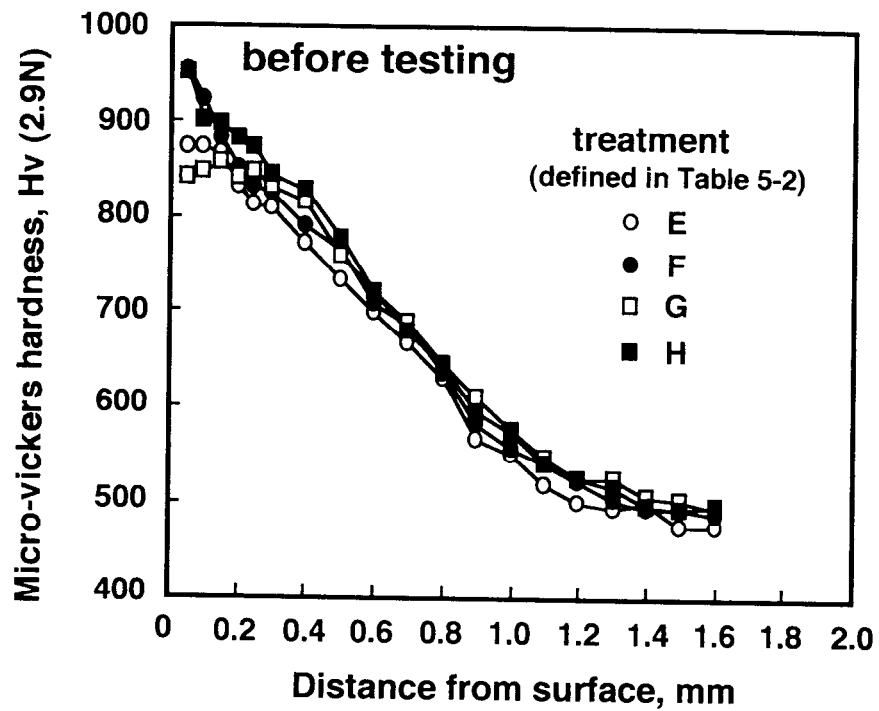
処理Dは、処理Cにショットピーニングを行うことによって処理Gとほぼ同じ表面硬さ、残留オーステナイト量に改善できたが、処理Gよりも約4.3倍も高寿命となった。圧縮残留応力は処理Dの方がわずかに(約200MPa)高いがこれが主原因とは考えにくい。後述する窒素の固溶状態でのショットピーニング効果と考えるべきだろう。

Fig. 5-11(a),(b)は、ローラーピitting試験前後での試験片表層部の硬さ分布の例を示している。いずれも塩水焼入れした試験片であるが、試験前は、表面下0.2mmまでの硬さに最大約110Hvの差異がある。しかし、試験後、すなわちピittingの発生した時点では、その差は小さくなり、いずれの試験片も表面硬さは約780Hv～800Hvにまで減少していることが分かった。これは、ピittingは表面硬さ約780～800Hvで発生すること、そしてピitting寿命は、初期表面硬さが高いだけでなく、発熱による軟化抵抗に優れるほど高寿命になることを示唆している。なお、試験後、深さ0.8mm～1.5mmで硬化しているのは、高寿命の試験片ほどその硬化程度が大きくなることから、接触応力による加工硬化によるものと推定される。

試験後、触針式表面粗さ計により接触面における最大摩耗深さを測定し、 10^3 cycleあたりの摩耗深さを算出した。Fig. 5-12 は、ピitting寿命と 10^3 cycleあたりの最大摩耗深さの関係である。ピitting寿命の向上と共に、明らかに耐摩耗性も向上していることが分かる。この結果は、ピitting寿命の向上が、すべりによる摩耗によって、初期ピittingの進行を抑えたりそれを消滅させたりするような破損モードの変化によるのではなく、明らかに表面層の強化によるものであることを意味している。

最高寿命の試験片(処理D, 7.451×10^6 cycle)について、試験面と非試験面における

(a)



(b)

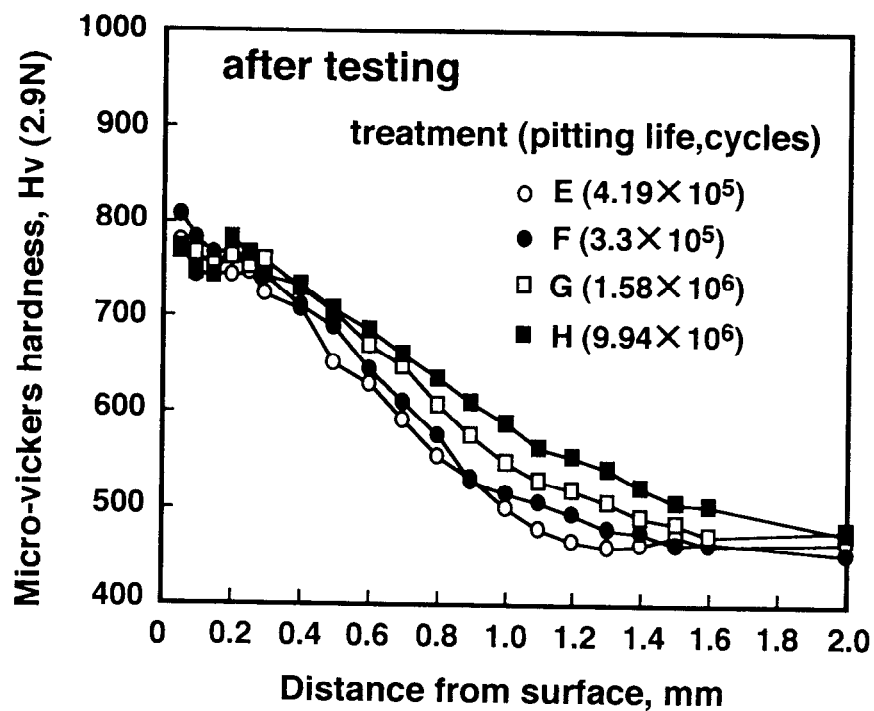


Fig. 5-11 Hardness profiles as a function of depth from the surface of JIS SCr420H steel treated under conditions E, F, G and H as defined in Table 5-2; (a) before roller-pitting test, (b) after the test.

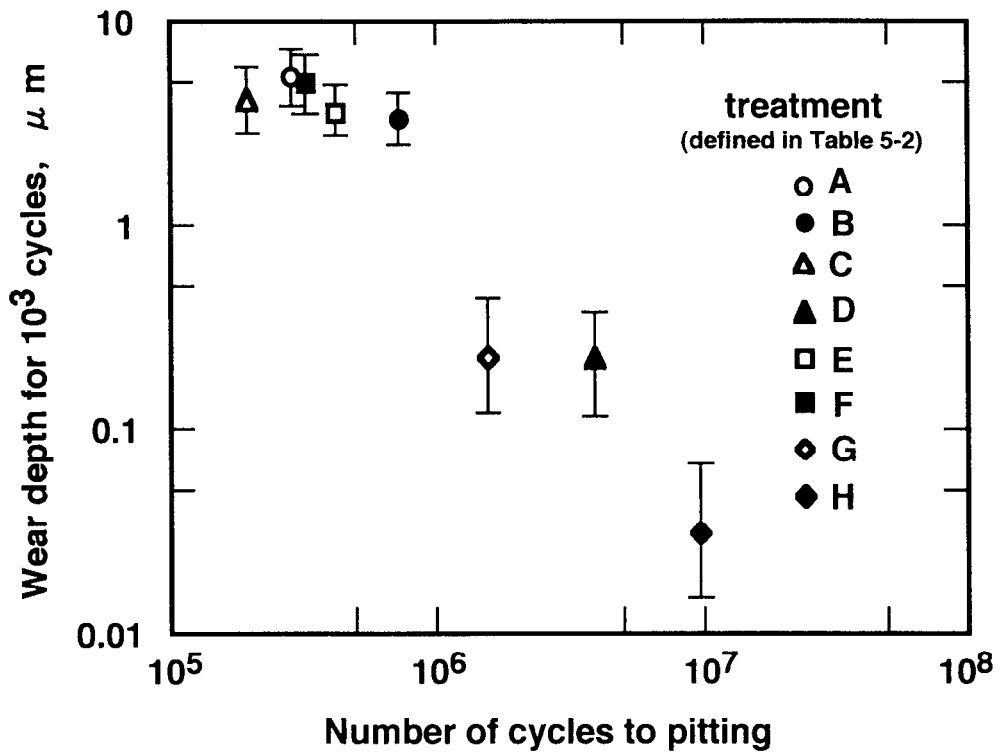


Fig. 5-12 Relationship between maximum wear depth for 10³ cycles and number of cycles to pitting.

マトリックス格子定数を前述と同様の方法で調べた結果、試験面は非試験面に対し $5.78 \times 10^{-3}(\text{\AA})$ も減少していた。Fig. 5-7 の結果 ($3.40 \times 10^{-3} \text{\AA}$ の減少) に比べ大きな減少を示した原因は、試験中 573K 近くまで昇温したと思われる時間が 10.8ks 以上 (寿命 $7.451 \times 10^6 \text{ cycle}$ を時間にすると約 400ks) であること、および炭化物 (主に Fe_3C) の析出による減少も含まれることが考えられる。試験面直下 (約 $20 \mu\text{m}$) 断面の SEM 写真を Fig. 5-13 に示す。旧オーステナイト粒界および多量の球状 Fe_3C が認められるが、長さ $0.5 \mu\text{m}$ 以下の微細な窒化物と思われる棒状析出物も多数認められた。 γ' - Fe_4N は松葉状¹⁶⁾ や棒状²⁰⁾ に観察されることから、この棒状析出物は、 γ' - Fe_4N と考えて良いだろう。

以上の結果は、ピitting寿命にとって、初期表面硬さが極度に低くなければ、発熱に対する軟化抵抗すなわち焼戻軟化抵抗が重要な要因であることを示唆している。しかし、最も高寿命になると思われた浸炭窒化塩水焼入れ後ショットピーニング (処理 H) 材は、バラツキが大きいだけでなく、塩浴焼入れ後ショットピーニング (処理 D) 材と比較し平均寿命はほぼ同等と言える。これは、焼入れ後低温焼戻しを行っていないため、マルテンサイトの靱性不足が塩水焼入れにおいて顕著であったことが原因の一つに挙げられる。

3. 6 クラックの発生およびその伝播

本試験条件では、すべりを伴い、その方向とところがり方向が逆となる表面では引張応力が生じる。この場合のピittingは、引張応力によって表面に微細な疲労クラックが生じ、これらが発達した剥離と考えられている²¹⁾。表面のピittingの発生部断面の光学顕微鏡写真を Fig. 5-14 に示す。浸炭窒化塩浴焼入れまま (処理 C) 材およびその後ショットピーニング (処理 D) 材共に、表面から発生した微小クラックが硬化層を伝播し、一部連結することにより小片剥離しつつ、大きな剥離 (ピitting) にまで至っていることが分かる。これら剥離の近傍を観察すると、硬さの低い処理 C では、矢印で示すように深さ約 $80 \mu\text{m}$ までに停止した表面微小クラックが多数認められた。他試験片は、処理 D のように表面微小クラックは全く認められなかった。これは、表面微小クラックの発生抵抗は表面硬さが重要であることを示唆している。またこれら

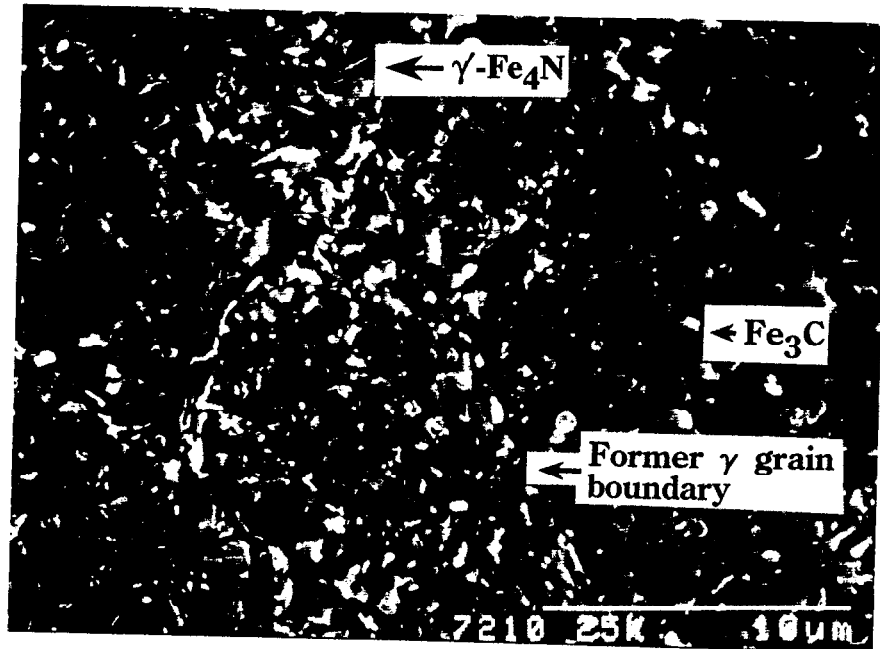


Fig. 5-13 A SEM micrograph of surface layer in carbo-nitrided and shot-peened specimen after roller-pitting test (treatment D, pitting life: 7.451×10^6 cycles).

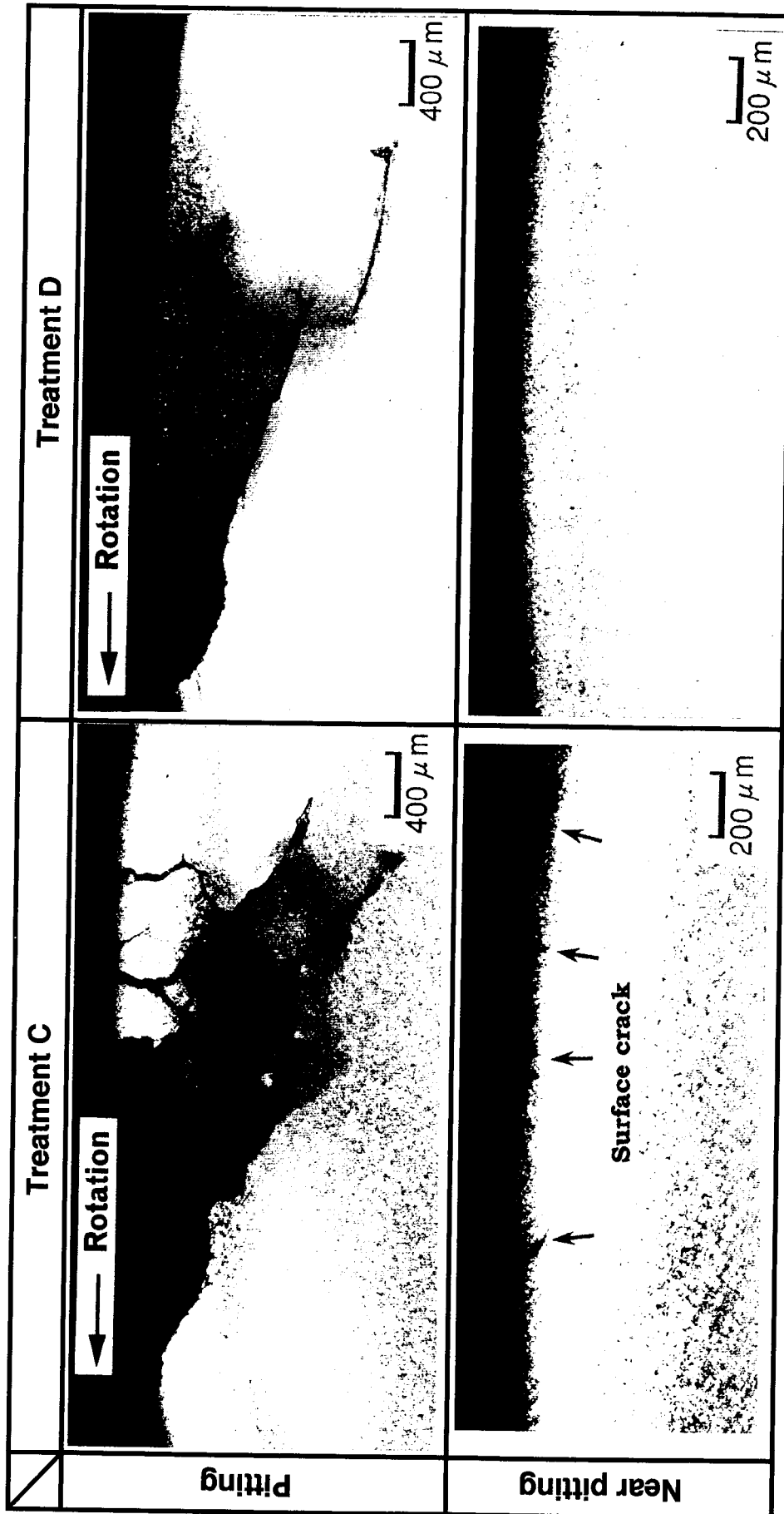


Fig. 5-14 Optical micrographs of cross-section of surface fracture; treatment C (pitting life: 1.99×10^5 cycles), treatment D (pitting life: 4.015×10^6 cycles).

の微小クラックが伝播して大きな剥離に至ると考えられることから、クラックの伝播過程においても、昇温による強度低下(軟化)の影響が予想される。クラックの伝播状況を低寿命の浸炭塩浴焼入後ショットピーニング材(処理B)と高寿命の浸炭窒化塩浴焼入後ショットピーニング材(処理D)とで比較したSEM写真をFig. 5-15に示す。いずれもピitting発生部表面から深さ約150 μ mの位置である。処理Bでは、表面とつながっているクラック(以下、主クラック)の周辺に極めて微小なクラックが多数認められた。これら微小クラックと主クラックが3次元的にお互いつながっているかどうか確認できないが、主クラック周辺に微小クラックが多いことから、その可能性は高い。浸炭のみ(処理A)でもほぼ同様に認められた。これに対し、処理Dでは、表面から深部へ主クラックが微細な組織中を伝播しているだけで、クラックの総延長は処理Bよりかなり短いことが分かった。ショットピーニングは、表層部の圧縮残留応力を向上させ、一般に疲労クラックの発生、伝播を抑制する効果がある²²⁾。しかし、ピitting寿命はTable 5-2に示した圧縮残留応力値では説明できない。これは、クラックの伝播抑制に有効に作用する程の圧縮残留応力は、主に接触表面での昇温により早期に解放されるためと推測される。この解放は本試験のような高負荷条件下では特に顕著と思われる。また、残留オーステナイト自身による影響は必ずしも明確でないが、Table 5-2の残留オーステナイト量と寿命との関係が見られないことから、寿命を支配する程の影響があるとは考えにくい。これらより、焼戻軟化抵抗は、クラックの発生、伝播抑制に重要な要因の一つであると考えられる。

以上、ピittingに到る過程を低寿命の順に模式的にまとめると、Fig. 5-16(a)-(d)のようになる。まず、浸炭窒化ままの場合(処理C)は、表面硬さが低いため、Fig. 5-16(a)のように、Fig. 5-14に示した表面微細クラックが早期に発生し、発生頻度も高い。これら多数の表面クラックが互いに早期に連結することにより剥離し、最も低寿命となる。浸炭まま(処理A,E)では、表面硬さが高いため、Fig. 5-16(b)のように、ごく初期の表面微細クラックの発生抵抗は大きい。その後発熱による組織変化が早期に起こり、軟化した表面にクラックが発生する。接触面応力による加工硬化と発熱による軟化が競合し、クラックは軟化が進行した領域を選択しながら伝播する。

ショットピーニングを行った場合(処理B,F)でも、軟化抵抗への影響が小さいため、クラックの発生、伝播抑制にはあまり効果を与えず寿命はさほど向上しない。焼入硬

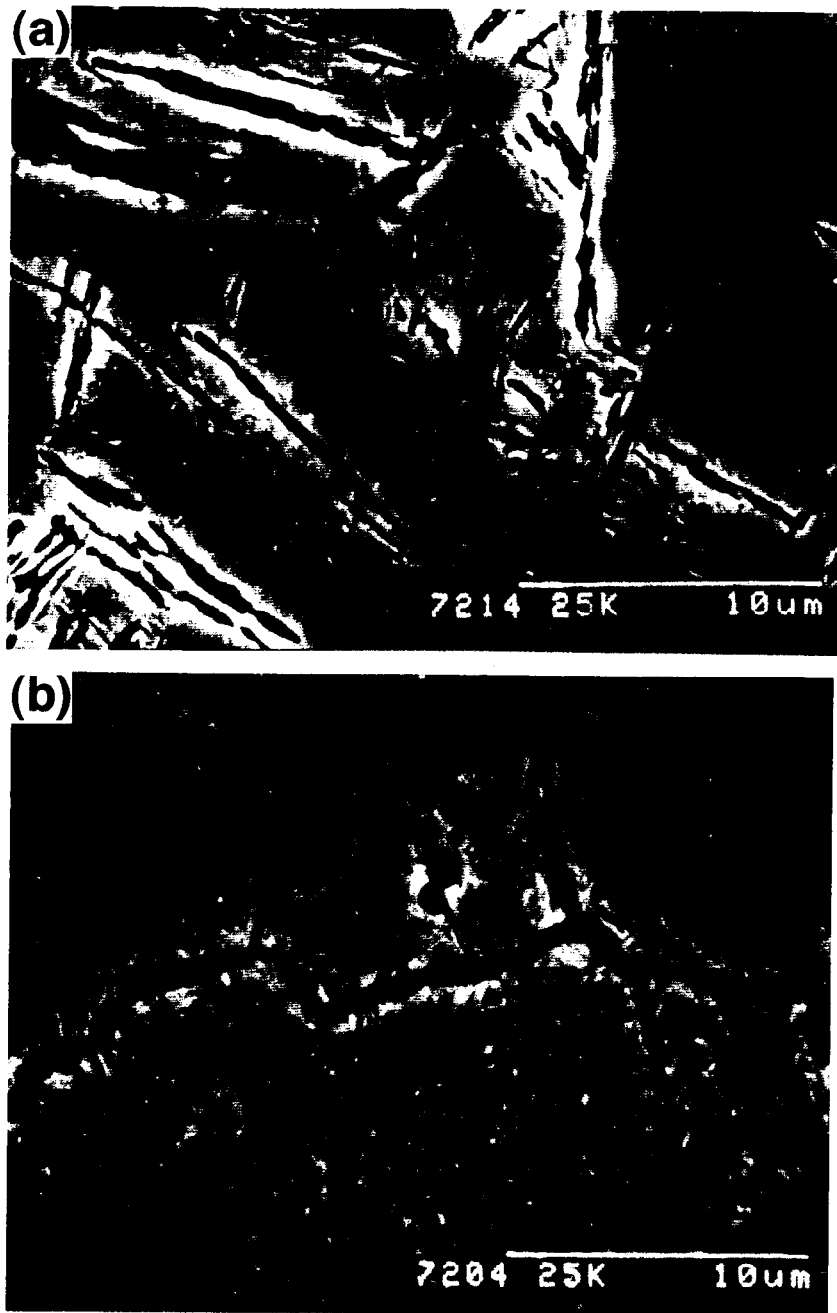


Fig. 5-15 SEM micrographs showing crack propagated at approximately $150\ \mu\text{m}$ below surface; (a) treatment B (7.27×10^5 cycles), (b) treatment D (4.015×10^6 cycles).

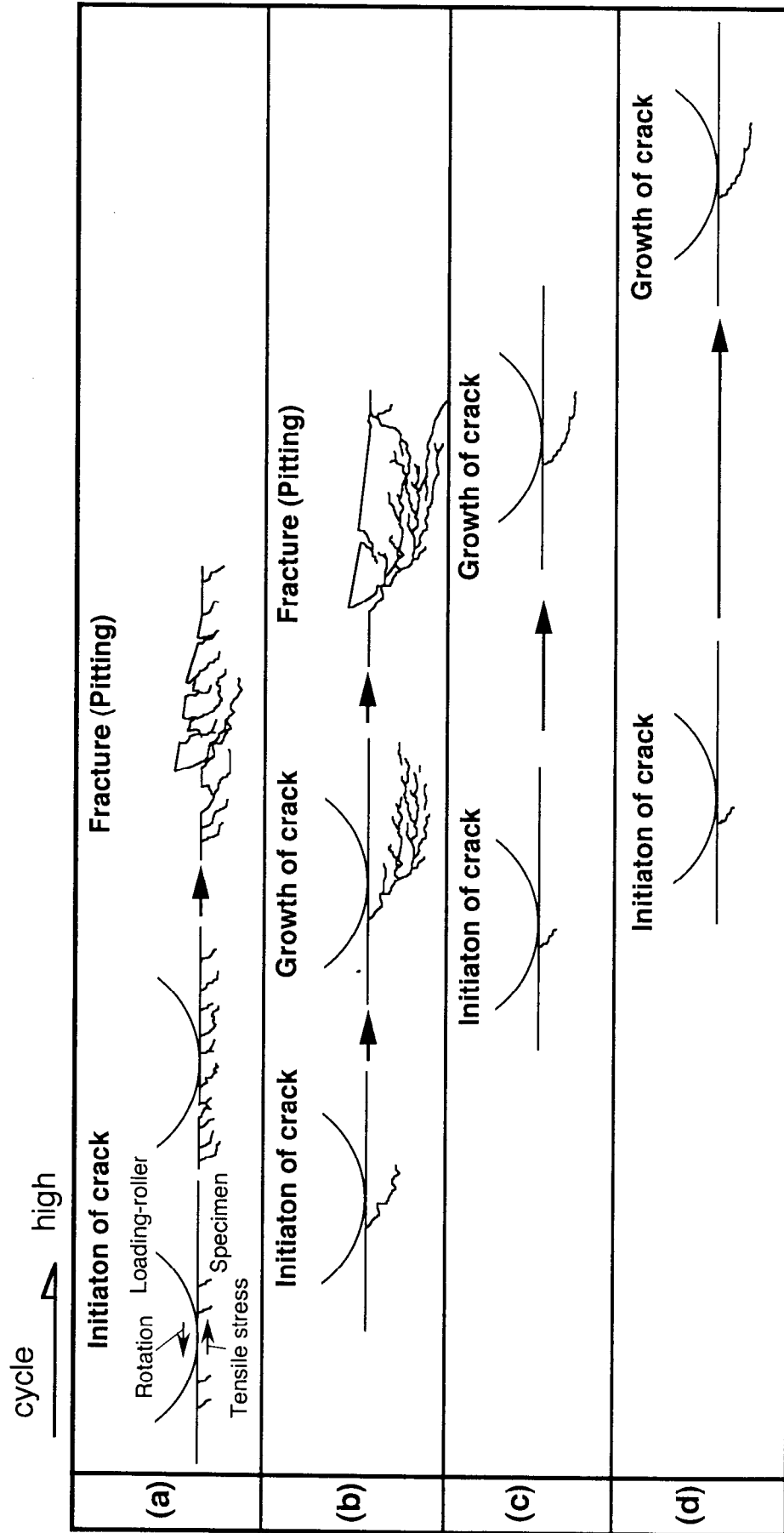


Fig. 5-16 Schematic explanation of surface fracture in roller-pitting test; (a) treatment C, (b) treatments A, B, E and F, (c) treatment G, (d) treatments D and H.

さを改善した浸炭窒化まま(処理G)は、Fig. 5-16(c)のように初期クラック発生抵抗が向上すると共に、その後 γ' -Fe₄Nの析出強化によってクラックの発生、伝播抵抗も向上する。 γ' -Fe₄Nの析出による寿命向上効果は約2.5倍である。さらにショットピーニングを施せば(処理D,H)、Fig. 5-16(d)に示すように、表面硬さ向上による初期クラック発生抵抗の向上、 γ' -Fe₄Nの析出強化に加え、 γ' -Fe₄Nの析出と固溶窒素による転位の回復を遅延させる効果によってさらに軟化が抑制される(窒素の固溶状態でのショットピーニング効果)ため、寿命は最も向上する。これらの効果は、塩水焼入れでは約3.6倍以上、焼入硬さの低い塩浴焼入れでは約25倍にもなる。

3. 7 歯車疲労試験結果

第四章で述べた焼入硬さの低下を回避するため、Cr-Mo鋼(0.19%C, 0.05%Si, 0.84%Mn, 1.08%Cr, 0.41%Mo)を用いた。歯車諸元および作成手順は第四章のものと同じである。浸炭窒化焼入れの他、比較のため浸炭焼入れした歯車も作成した。いずれも、焼入後、433K-7.2ksの焼戻しを行い、アークハイト値AH=0.69mmAのショットピーニングを行った。歯面は、第二章での歯車試験の場合と同様のホーニング仕上げを行い、試験に供した。試験条件は、ヘルツ応力：2019MPa、回転速度：1000rpmとし、常時333Kの作動油による潤滑を行った。Fig. 5-17は、ある決められた耐久回転数で試験を停止させ、歯面に発生したピitting面積率を測定しプロットした結果である。浸炭窒化後ショットピーニングした歯車は、浸炭焼入れ後ショットピーニングした歯車に比較し、ピittingの発生寿命が長く、またピittingの成長速度も遅いことが判明した。

Fig. 5-18は、未試験歯車の歯面の表面硬さについて、573 K- 10.8 ksの焼戻しによる変化を調べた結果である。浸炭窒化後ショットピーニングした歯車は、浸炭後ショットピーニングした歯車に比し、焼戻前は80Hvも低いにも関わらず、焼戻後は逆に35Hvも硬い結果を示し、優れた軟化抵抗を有していることが分かる。

これらピitting特性ならびに焼戻軟化特性の結果は、本ローラーピitting試験結果と矛盾しない。このように、浸炭窒化焼入れ後ショットピーニングによる耐ピitting性は、歯車においても検証することができた。

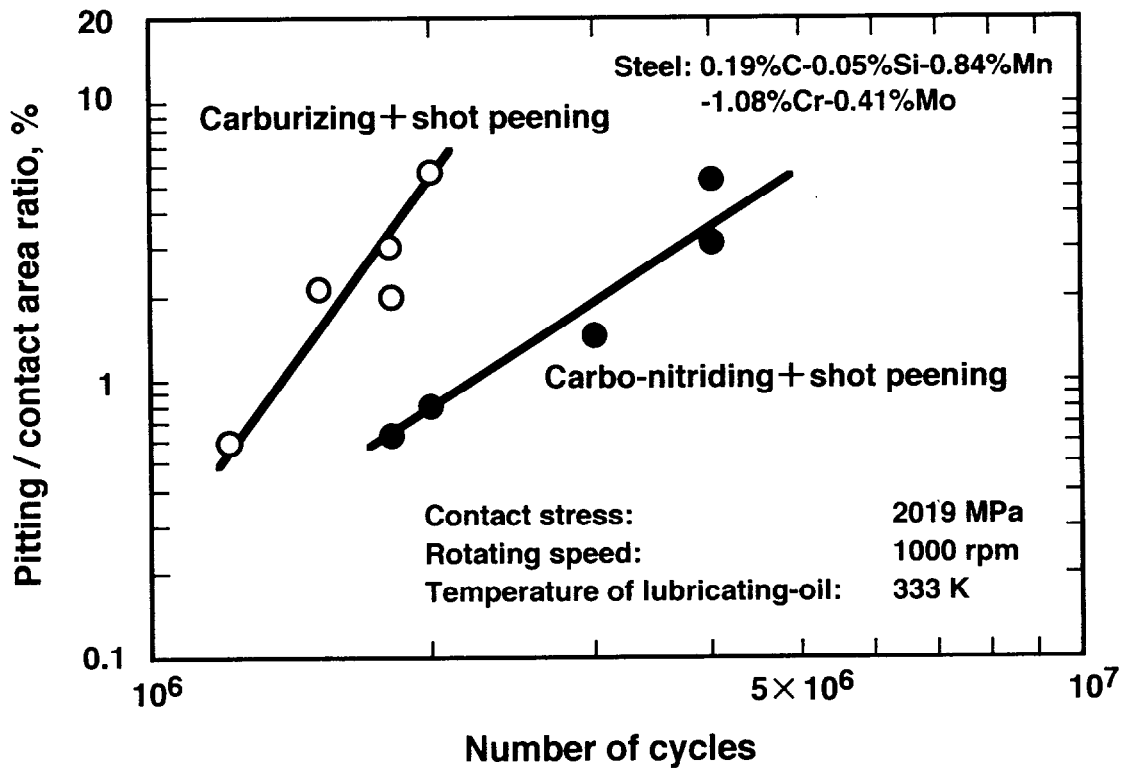


Fig. 5-17 Relation between pitting/contact area ratio and number of cycles, found by gear test of the steel shot-peened after carburizing or carbo-nitriding.

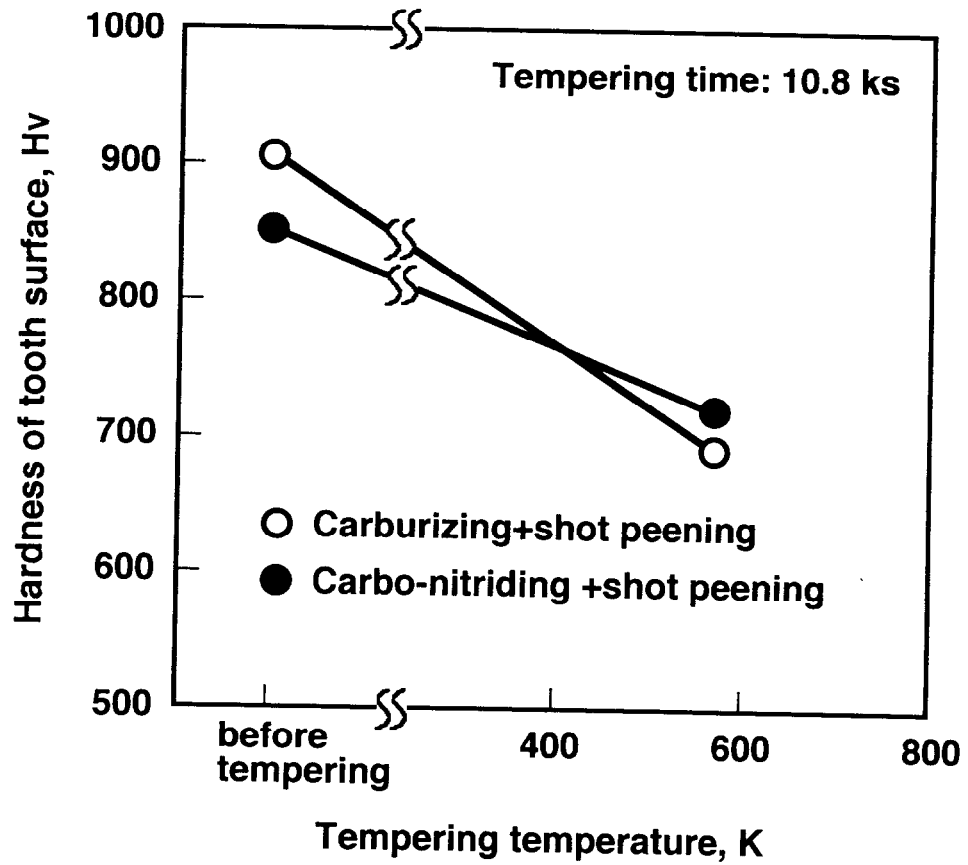


Fig. 5-18 Change in hardness of tooth surface by tempering at 573 K for 10.8 ks.

3. 8 ピットティング寿命の代用特性

以上の結果は、第二章で行った種々の歯車の試験から示唆された結果と矛盾していない。そこで、ピットティング寿命と再加熱後の硬さの相関を詳細に検討した。処理Aから処理Hすべてについて、ローラーピットティング試験片を573K-10.8ks焼戻しを行い、非試験面の表面硬さを測定した。最も表面硬さの低かった浸炭窒化塩浴焼入れまま(処理C)は、 γ' -Fe₄Nの析出硬化により542Hvから638Hvにまで硬化した。焼戻硬さとピットティング寿命との関係をFig. 5-19に示す。歯車試験結果もプロットした。ピットティング寿命は、10倍程度のバラツキ幅があるが、明らかに573Kの焼戻硬さと正の相関が認められる。これより573Kの焼戻硬さの測定は、ピットティング寿命の推定に有効であることが判明した。

4. 結 言

浸炭及び浸炭窒化焼入れ、及びその後ショットピーニングを行ったJIS SCr420H鋼の焼戻軟化抵抗及びピットティング寿命を調べた結果、以下のことが分かった。

- (1) 浸炭窒化層は、浸炭のみに比し573Kでの焼戻軟化量で比較すると、最大約150Hvも高い軟化抵抗を示す。これは、過飽和に固溶した窒素が焼戻しにより γ' -Fe₄Nとして析出するためである。
- (2) 浸炭窒化層は、焼入れ後ショットピーニングを行うことにより、573Kでの焼戻軟化抵抗は、浸炭のみに比しさらに高くなる。これはショットピーニングにより導入された転位の回復が、 γ' -Fe₄Nの析出および固溶窒素により遅延することが原因として考えられる。
- (3) このようなショットピーニングのピットティング寿命への影響は、浸炭のみでは約2倍までの寿命向上であるのに対し、浸炭窒化では最高約25倍も向上する。これは、次のように説明できる。浸炭ではショットピーニングにより表面硬さが向上しても、試験中接触面での昇温により、導入した転位が比較的容易に回復する。しかし浸炭窒化では、表面硬さが向上することに加え、試験中① γ' -Fe₄Nの析出強化、

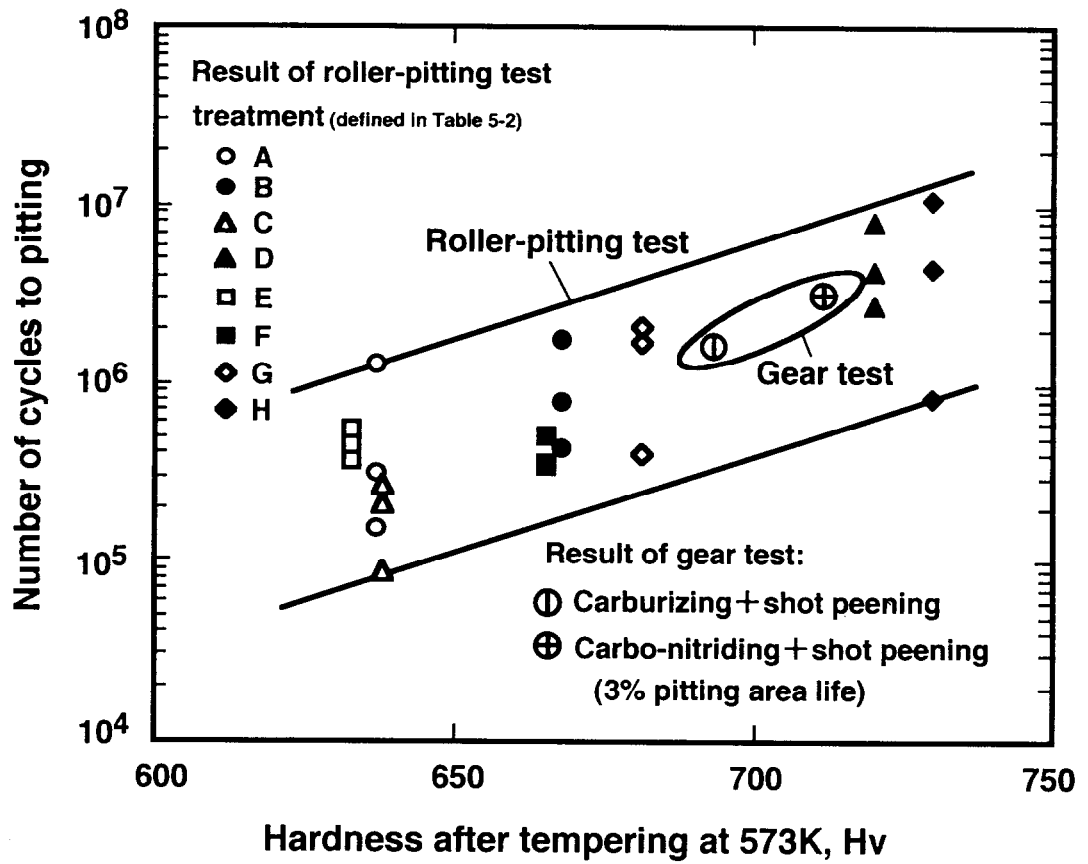


Fig. 5-19 Relationship between number of cycles to pitting and hardness after tempering at 573 K in JIS SCr420H steel surface treated for different conditions A through H defined in Table 5-2.

- ②導入された転位の回復が、 γ' -Fe₄Nの析出および固溶窒素によって遅延する、これらの効果によると考えられる。
- (4) ピッチング寿命は、573Kでの焼戻後の表面硬さと正の相関がある。この573Kの焼戻硬さは、ピッチング寿命の代用特性として有効である。

参考文献

- 1) 小倉真義：特殊鋼，44 (1995) 3, 9.
- 2) 藤田公明，吉田 彰，小幡文雄，安部克由：日本機械学会論文集，45 (1979) 396, 945.
- 3) K. Nakamura, K. Mihara, Y. Kibayashi and T. Naito: SAE Tech. Pap. Ser., #821102, (1982), 11.
- 4) 内藤武志：熱処理，17 (1977) 4, 225.
- 5) Dennis P. Townsend and Erwin V. Zaretsky: NASA Tech. Paper 2047(1982), 1.
- 6) M. Kobayashi and K. Hasegawa: Proc. of the 4th Int. Conf. on Shot Peening, 4 (1990), 465.
- 7) 橋本宗到，山本 章，田中和博：ショットピーニング技術，7 (1995) 3, 191.
- 8) 房田秀彦，内藤賢一郎，片山 昌：材料とプロセス，6 (1993), 1766.
- 9) 今井勇之進，増田 健，前田啓吉：日本金属学会誌，29 (1965) 9, 860.
- 10) K.H.Jack: Heat Treatment'73, The Metals Soc., Warrendale, (1975), 39.
- 11) K.H.Jack: Proc.Roy.Soc. A, 208A (1951), 216.
- 12) R.D.Garwood and G.Thomas: Metall. Mater. Trans., 4 (1973), 225.
- 13) A.Van Gent, F.C.Van Doorn,and E.J.Mitte-meijer: Metall,Trans. A, 16A (1985),1371.
- 14) P.Ferguson and K.H.Jack: Scr. Metall., 18 (1984), 1189.
- 15) Liu Cheng, A.Bottger and E.J.Mitte-meijer: Metall.Trans. A, 23A (1992), 1129.
- 16) 今井勇之進，泉山昌夫，土屋正行：日本金属学会誌，29 (1965), 1047.
- 17) 今井勇之進：鋼の物性と窒素，77ね，東京，(1994), 44.
- 18) T.Bell: J.Iron Steel Inst., 206 (1968), 1017.

- 19) 木南俊哉, 中村貞行 : 材料とプロセス, 10 (1997), 472.
- 20) 岡本昌文, 長谷川正義 : 日本金属学会誌, 32 (1968) 11, 1085.
- 21) 内藤武志 : 浸炭焼入れの実際, 日刊工業新聞社, 東京, (1979), 229.
- 22) 例えば, 辛島誠一 : 金属・合金の強度, 日本金属学会編, 仙台, (1980), 176.

補遺5A ローラーピッチング試験における接触面圧

補遺2A-2で述べたように、ヘルツの最大接触圧力 p_{\max} は、次式で与えられる。

$$p_{\max} = 3P / (2\pi ab) = 188 [P(\Sigma \rho)]^{-1/3} / \mu \nu \quad [5A-1]$$

$$\cos \tau = [(\rho_{11} - \rho_{12})^2 + 2(\rho_{11} - \rho_{12})(\rho_{21} - \rho_{22})\cos 2\omega + (\rho_{21} - \rho_{22})^2]^{-1/2} / \Sigma \rho$$

ω : ρ_{11} を含む平面と ρ_{21} を含む平面とのなす角 (= 90 deg.)

$$[5A-2]$$

本研究におけるローラーピッチング試験では、大ローラーは、 $\phi 130\text{mm}$ 、外周部(接触面)の曲率を 150mm とし、試験片ローラーは $\phi 26\text{mm}$ 、軸方向の曲率は ∞ とした。従って、

$$\rho_{11} = 150, \rho_{12} = 65, \rho_{21} = \infty, \rho_{22} = 13 \quad [5A-3]$$

を、[5A-2]式に代入すると、

$$\cos \tau = 0.866 \quad [5A-4]$$

この値の時、第二章 補遺2A-2 のTable 2A-2-2 から、

$$\mu \nu = 1.35 \quad [5A-5]$$

であることが分かる。

[5A-5]式を[5A-1]式に代入すると、

$$p_{\max} = 29.77 P^{-1/3} \quad [5A-6]$$

本研究に用いたローラーピッチング試験機では、

荷重 P は、 $P = 100W + 310$, $W(\text{kg})$: 実際に設定するおもりの重量, である。

すなわち、 $p_{\max} = 3.68 \text{ GPa}$ を与えるために、 $W = 17 \text{ kg}$ とした。

第六章 浸炭窒化焼入れおよびその後ショットピーニング処理したCr含有鋼の機械的性質に及ぼす窒素量の影響

1. 緒言

鋼の引張特性に及ぼす窒素の影響については、Furgsonら¹⁾が、純鉄における約0.08mass%(約0.3at%)までの固溶窒素による強化ならびに焼入時効による窒化物の析出強化について研究し、窒素の固溶強化は、直線的で1mass%Nあたり2360MPaも引張強度が向上すること、そして α'' -Fe₁₆N₂, および γ' -Fe₄N相の析出によって強化することを報告している。

しかし、実用材料を用い、浸炭窒化処理や窒化処理のような表面硬化処理を行った鋼の機械的性質に及ぼす窒素量の影響をしらべた研究は極めて少ない。C. Franceら²⁾は、鍛造用の金型用鋼(マルテンサイト系工具鋼, 0.1%C-0.5%Mn-1%Si-5.5%Cr-1.2%Mo-1%V)を用い、窒化処理して表面窒素量を0.2~1.5mass%まで変化させ、室温から873 Kまでの流動応力への影響をしらべた。その結果、673 Kまでは窒素が効果的に作用し、ナノサイズの析出物の体積率が最も多くなる1%Nの侵入によって最も強くなることを報告している。一方、回転曲げ疲れ特性³⁾や接触疲れ特性⁴⁾については、実用鋼を用い表面窒素量を変化させた研究報告があるが、残留オーステナイト量の違いによる影響に主眼がおかれており、窒素そのものによる影響についての検討はなされていない。

そこで、本章では、前章に引き続き、浸炭窒化焼入れしたCr含有鋼(JIS SCr420H鋼)について、接触疲れ強さ、および摩擦摩耗特性に及ぼす窒素量の影響について検討を行った。また、第四章で述べた焼入組織ならびに焼戻軟化特性との関連についての考察も行った。

2. 接触疲れ強さに及ぼす窒素量の影響

2. 1 実験方法

用いたJIS SCr420H鋼および熱処理は、第四章で行った条件と同一である。試験片は、453 Kの塩浴へ焼入後、443 K - 7.2 ksの焼戻しを行った後、全て同一条件のショットピーニング処理を行った。ショットピーニングは、窒素量の増加による表面硬さの低下の影響を小さくすること、そして、前章で明らかにしたように、窒素が侵入した場合の焼戻軟化抵抗をさらに向上させるために行った。ショットピーニング条件は、前章の場合と同じにした。その後、表面粗さの変化の影響を排除するため、約50 μm の研削仕上げを行い、いずれの試験片も最大粗さ $R_{\text{max}} \leq 0.7 \mu\text{m}$ で試験に供した。

接触疲れ強さの評価は、二円筒式ローラーピitting試験機を用い、接触面圧、回転数、すべり率そしてピittingの検出方法はいずれも第五章での方法と同様にした。

2. 2 実験結果および考察

ピitting発生寿命を窒素量で整理した結果をFig. 6-1に示す。各3回試験を行い、ワイブル分布における累積破損率50%の寿命をプロットすると共に寿命のバラツキ幅も示した。第五章で示した実験結果の一部もプロットしている。図中に示した矢印は、破損せず約 10^7 cyclesで試験を終了させたことを示す。ピitting寿命は表面の窒素量と関係のあることがわかる。すなわち、表面の侵入窒素量が約0.4%までは、ほぼ直線的に寿命が向上(5倍/0.1mass%N)しており、浸炭のみ材に比し少なくとも10倍以上向上している。窒素量が約0.55%以上では、それ以上は向上しておらず、バラツキが大きくなると共にむしろ寿命が低下しはじめる傾向が見られる。これは、Fig. 6-2に示す試験片表層部のミクロ組織の変化から明らかなように、窒素量が約0.5%以上では、第四章で述べたように、CrNが多量に旧オーステナイト粒界を中心に析出したことによる周辺マトリックスのCr枯渇が原因となって、不完全焼入組織の出現傾向が顕著になったためであることが考えられる。従って第四章で述べたように、冷却速度を向上させるか、Moを添加すれば、0.55%N以上の場合でもさらに寿命が向上するこ

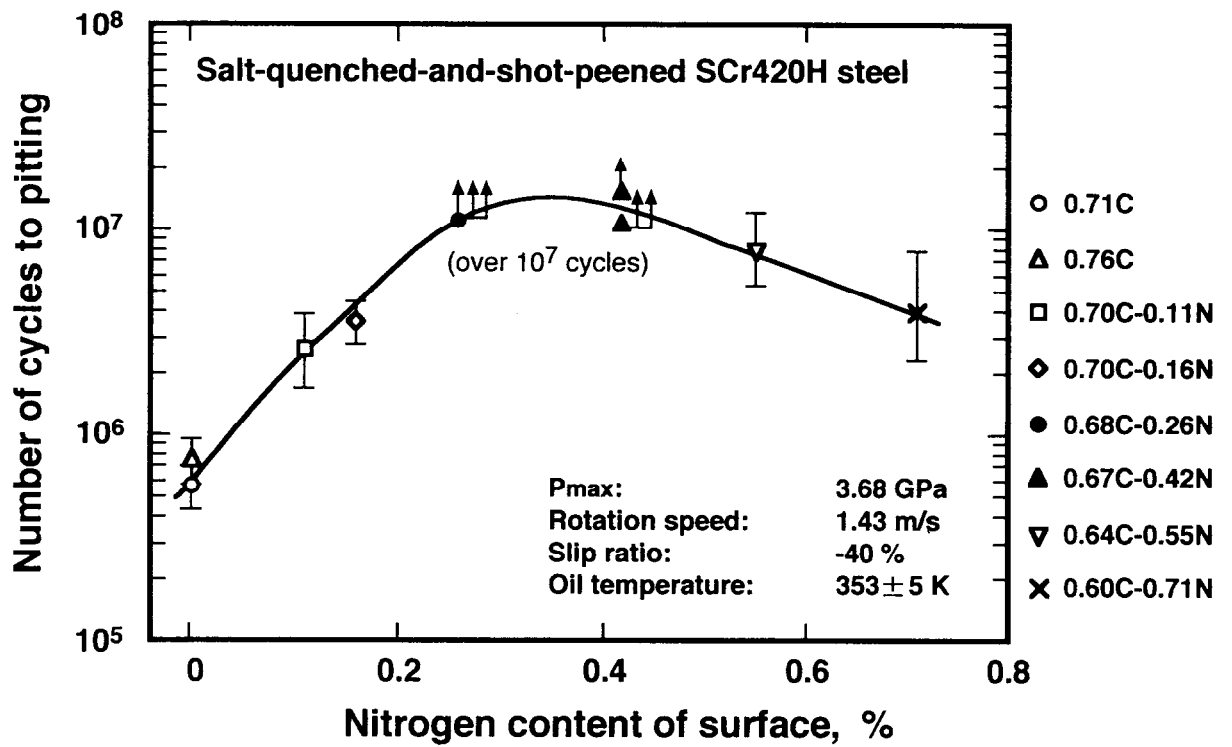


Fig. 6-1 Effect of nitrogen content on pitting life of JIS SCr420H steel after shot-peening with different carbon and nitrogen content on the surface adjusted by various surface treatment conditions.

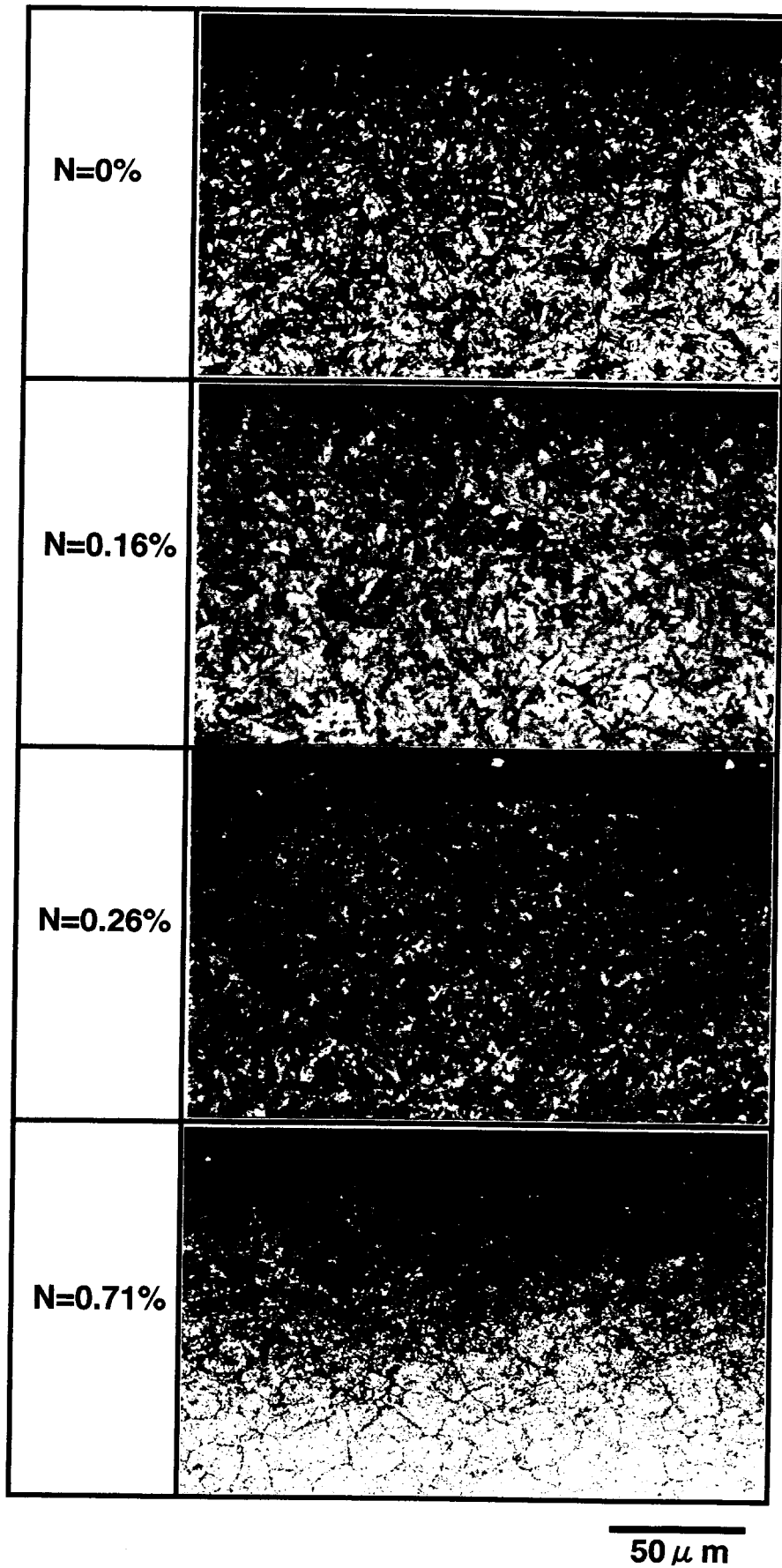


Fig. 6-2 Optical micrographs of surface layers of JIS SCr420H steel carbo-nitrided to various nitrogen contents (5% nital etched).

とが推測される。Fig. 6-1 で、ベイナイト組織を中心とした軟質な不完全組織が認められた0.71%Nでも浸炭のみ材に比較し5~8倍に寿命が向上しているのは、接触面での発熱によって析出した γ' 相の析出強化によるものと考えざるをえない。

次に、残留オーステナイトの影響について検討した。内藤ら⁵⁾は、浸炭窒化材の耐ピitting性が向上するのは、 $10^3 \sim 3 \times 10^3$ MPaの接触応力下で表層部の残留オーステナイトがマルテンサイトへ応力誘起変態するためであると報告している。しかし、本実験では、接触応力 3.7×10^3 MPa、すべり速度0.57m/s と高負荷であるため、応力だけでなく接触面での発熱による影響をも考慮する必要がある

そこで、焼入れままから再加熱すなわち焼戻しによって表面の残留オーステナイト量がどのように変化するか、焼入れ後、室温にて数時間経過した後、試験片表面を2~5 μ m電解研磨除去し、X線回折法によって残留オーステナイト量を測定した。結果をFig. 6-3 (a),(b)に示す。窒素は炭素と同様、最も効果の大きいオーステナイト安定化元素であるため、侵入窒素量が多いほど、焼入れまでの残留オーステナイト量は多くなっている。また、浸炭のみでは523 K - 3.6 ks の焼戻しによって数%にまで減少しているが、浸炭窒化処理した残留オーステナイトは、比較的安定で約20%も残留している (Fig. 6-3 (a))。これは、焼入れ後の数時間の間に、炭素だけでなく窒素原子が γ/α' および γ/α 界面に集まり、一種の固着作用によってオーステナイトの変態が起こりにくくなったためと考えられる。しかし、573 K では、2 ks 以上の加熱保持で数%にまで分解することが分かった (Fig. 6-3 (b))。この結果から、試験開始直後は、接触応力によって、残留オーステナイトの一部は応力誘起変態を起こし、マルテンサイトが生成するが、その後接触面での573 K 程度の発熱によって、未変態のオーステナイトの大半はかなり初期に分解・消滅すると考えられる。従って、残留オーステナイトは、従来から説明されているような、接触面応力の低減効果^{6,7)}や、疲労クラックの伝播を抑止する作用^{8,9)}としては極めて小さいものと思われる。

前章で行った方法と同様に、ローラーピitting試験片の未試験部表面の573 Kでの焼戻硬さを測定し、ピitting寿命との関係を整理した結果がFig. 6-4 である。ここでもピitting寿命は、573 K 焼戻硬さと極めてよい相関の見られることがわかる。すなわち、表面の573 K 焼戻硬さを50 Hv 向上させれば、ピitting寿命は

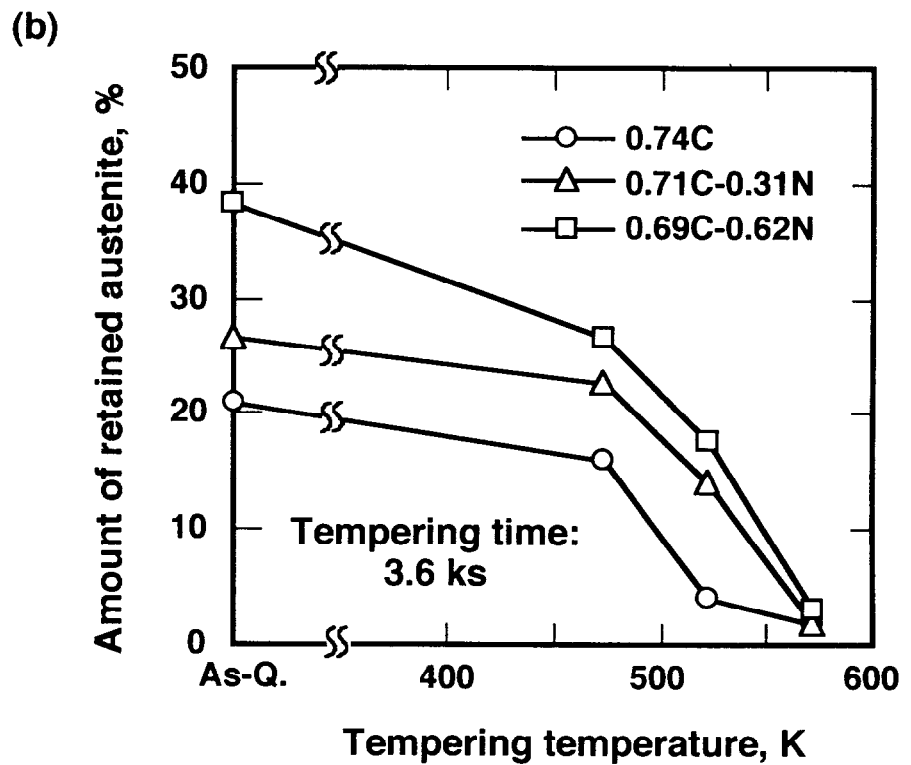
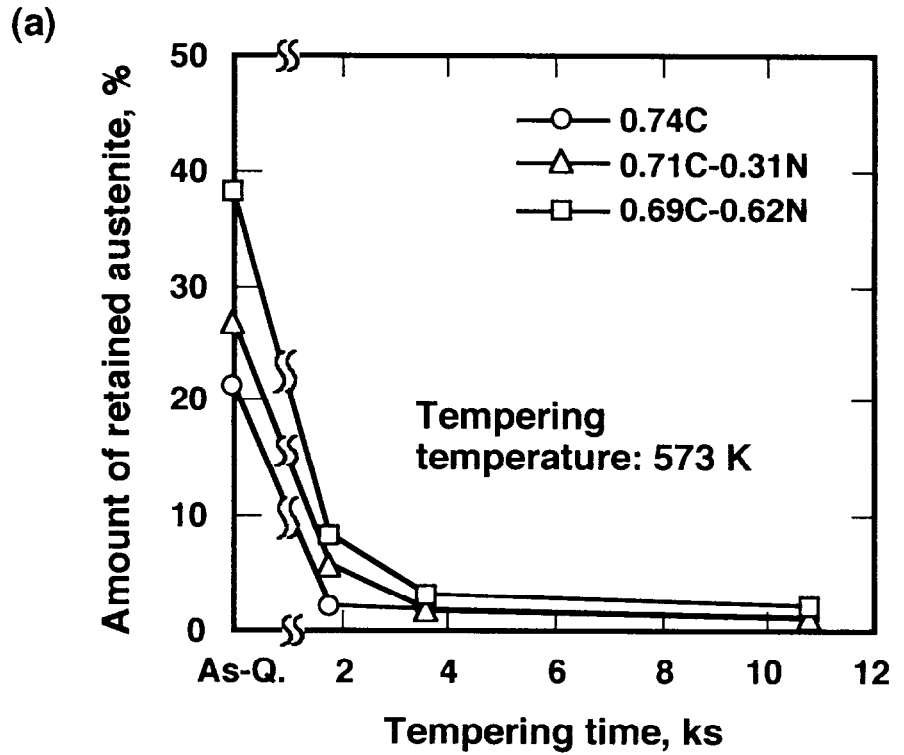


Fig. 6-3 Changes in amount of retained austenite in surface during tempering of the steel with different carbon and nitrogen contents at surface; (a) at constant tempering temperature of 573 K, (b) for constant tempering time of 3.6 ks.

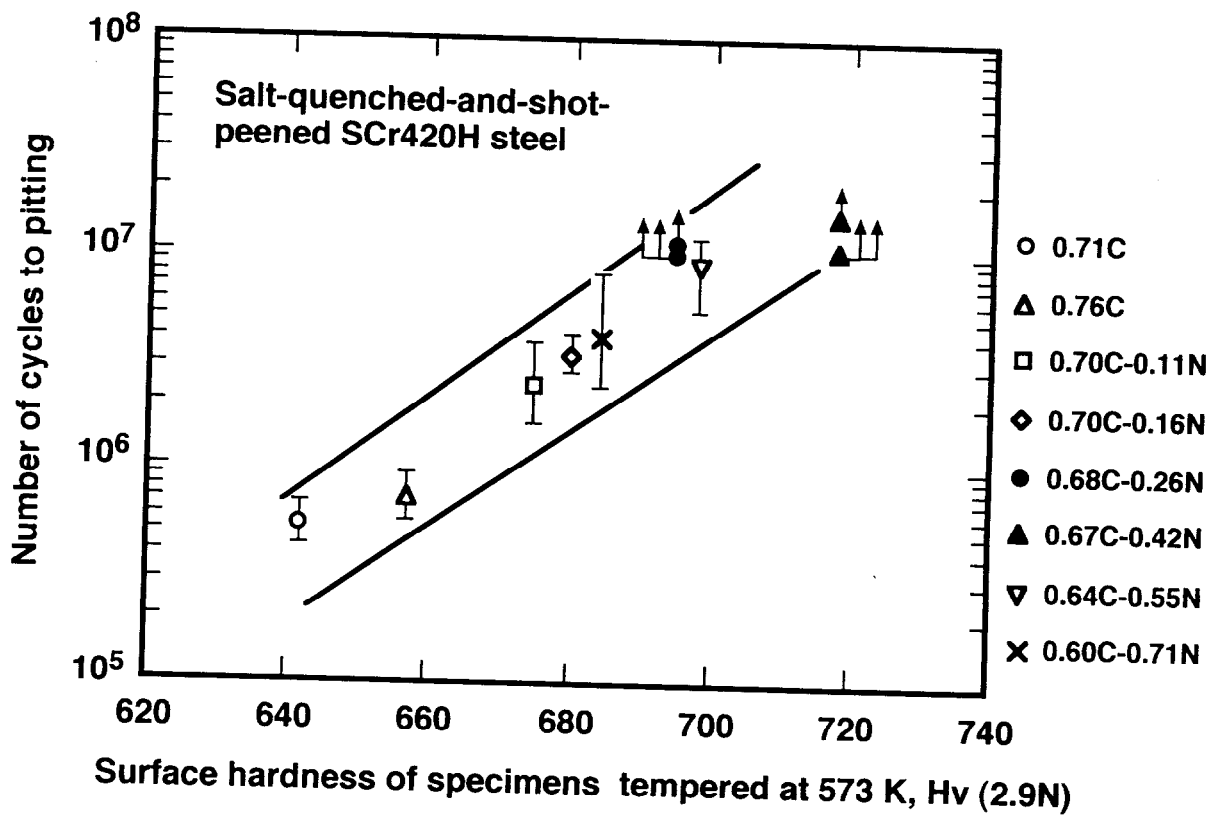


Fig. 6-4 Relation between pitting life and surface hardness of the salt- quenched-and-shot-peened JIS SCr420H steels having different carbon and nitrogen contents on the surface after tempering at 573 K for 10.8 ks.

約10倍に向上するものと予測できる。

3. 摩擦摩耗特性

摩擦摩耗現象については、古くから研究され膨大な報告があるが、そのメカニズムは極めて複雑で摩擦摩耗を低減させる冶金的要因は必ずしも明確になっていない。

一方、Cr含有鋼に高濃度の窒素を侵入させる浸炭窒化焼入れを行った場合、残留オーステナイトが増加したり、不完全焼入組織が出現したすくなるため、浸炭のみに比し必ずしも硬さは向上しない。しかし、侵入窒素量を増加させれば、固溶窒素による効果だけでなく、硬質なCrNの析出により耐摩耗性が向上することが予測される。ここでは、JIS SCr420H鋼を用い、侵入窒素量を最大約0.9%まで侵入させた浸炭窒化処理を行い、摩擦摩耗特性について検討した。

3. 1 実験方法

JIS SCr420H鋼(0.22%C-0.19%Si-0.84%Mn-0.017%P-0.016%S-1.10%Cr-0.03%Al)のφ40mmの棒鋼をφ90mmに鍛造し、焼ならしを行った後、φ70mm×10mmの円板状試験片を切り出した。浸炭窒化処理は、1173 Kにて、CP(炭素ポテンシャル)値1.1%のガス雰囲気で行い、さらにCP=0.8%で拡散処理した後、1113 Kに降温し、NH₃ガスを流入させて窒化処理を行った。その際、第四章の場合と同様に、キャリアガスに対するNH₃の濃度ならびに処理時間を変化させて、侵入窒素量をコントロールした。実測された窒素量は、最大0.88%であった。比較のため、CP=1.1%での浸炭のみの処理も行った。焼入れは、453 Kの塩浴、403 Kおよび348 Kの油への3種類行った。用いた453 Kの塩浴(55%KNO₃+45%NaNO₃)および348 K油の冷却曲線をFig. 6-5に示す。これは、プローブにインコネル600(φ12.5×60 mm)を使用し、無攪拌状態で測定した結果である。塩浴は、約873 K以上での冷却速度は速いが、約773 K以下では緩やかな冷却となる特徴がある。油は、塩浴とは逆の傾向があることがよく分かる。焼入れされた試験片は、その後、いずれも443 K-7.2ksの焼戻しを行い、表面から50 μm、一部300 μmまでの研削仕上げを行い、摩擦摩耗試験に供した。

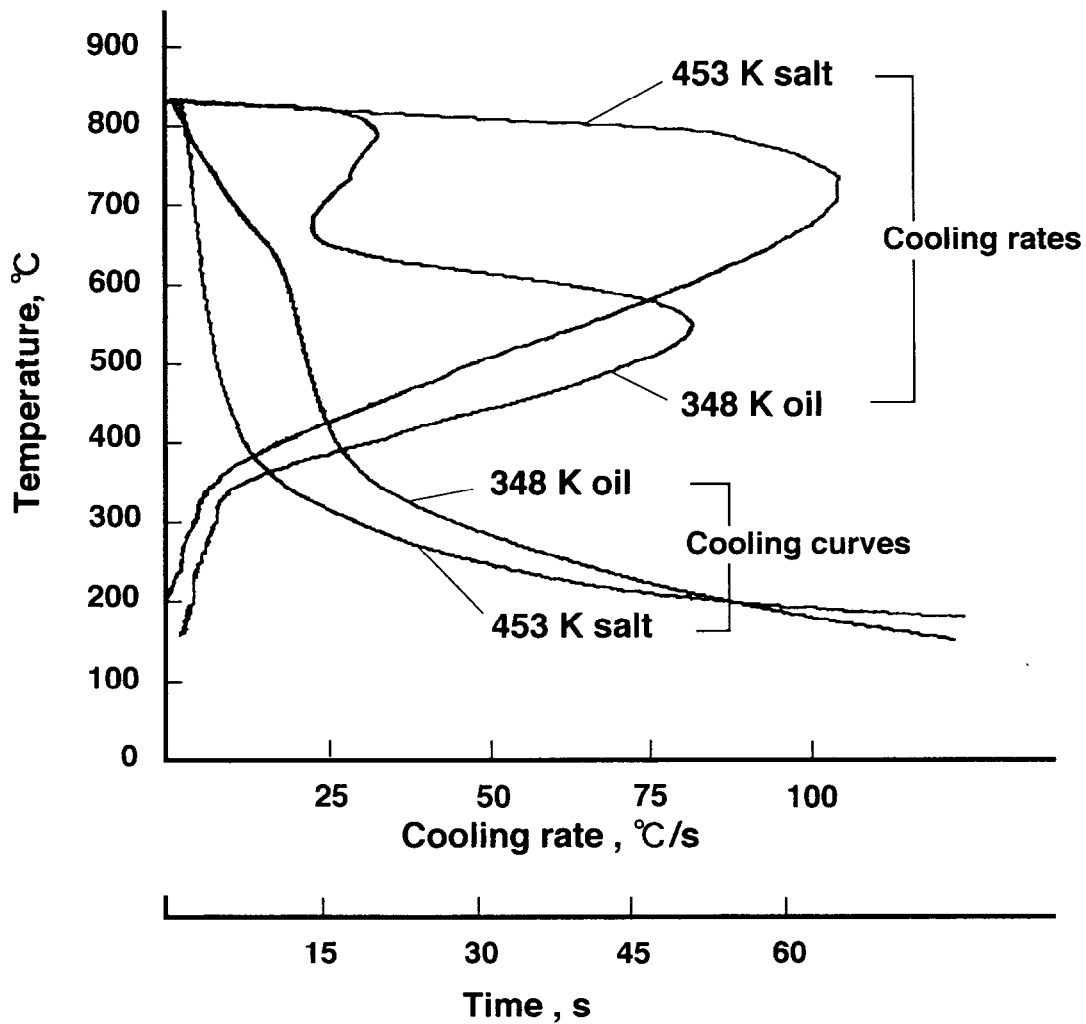


Fig. 6-5 Difference in cooling curves and cooling rates between quenching in salt at 453 K and in oil at 348 K.

触針式表面粗さ計による測定では、各試験片のRa値は $0.19\mu\text{m}\sim 0.29\mu\text{m}$ であった。また試験片の深さ方向の炭素および窒素分布は、EPMA-WDXにより測定した。摩擦摩耗試験は、Fig. 6-6に示すように、ピンオンディスク(pin-on-disc)型摩耗試験機を用い、アブレッシブ摩耗(abrasive wear)の評価を行った。ピンは、JIS SK6相当鋼(0.75C-0.3Si-0.6Mn-0.5Cr)の調質材($H_R C 62$)を用いた。338 Kに保持した潤滑油に浸漬した状態で、接触圧力150MPa、摺動速度0.28m/sにて摺動させ、摺動距離が24kmに達した時点で試験を停止し、最大摩耗深さを触針式粗さ計を用いて測定した。

試験片表層部の光学顕微鏡観察およびSEM観察を行った。一部、抽出レプリカのTEM観察、および抽出残渣のX線回折を行った。

3. 2 実験結果および考察

3. 2. 1 表面硬さとミクロ組織

Table 6-1に、全試験片の表面炭素、窒素量、表面硬さを示す。表面硬さは、試験前の表面を直接測定したロックウェル硬さ($H_R C$, 10点測定の平均値)である。Fig. 6-7には、表層部断面のミクロ組織を示す。X線回折法によって測定した表面の残留オーステナイト量は、浸炭窒化(0.67C-0.80N)後塩浴焼入材で最も多く、48%であった。最も少ないのは0.75Cの油焼入材で34%であった。他は42%~46%と大きな差異は認められなかった。光学顕微鏡写真に見られるダイヤモンド形の影は、マイクロビッカース硬さ計の圧痕であり、ロックウェル硬さとの相関確認を行ったものである。いずれの試験片も焼入マルテンサイト組織を主体とした組織であり、十分な焼入れとなっている。しかし、1.1%Cの浸炭のみではサイズの大きいレンズ状のマルテンサイトであるのに対し、浸炭窒化処理では比較的細かいレンズおよびラスマルテンサイトの混合組織を呈している。これは、浸炭のみに比し、浸炭窒化での炭素量が少ないこと、および(C+N)量が多いためMs点が低下していることが原因として考えられる。

表層部の析出相を調べるため、433 K 塩浴焼入れと403 K 油焼入れした試験片について、表面下約 $100\mu\text{m}$ まで電解研磨により抽出した残渣のX線回折を行った。結果をFig. 6-8(a),(b)に示す。いずれの焼入れにおいてもほぼ同じ回折図形が得られた。CrNの析出が最も多く、次いで MnSiN_2 が認められた。わずかに Fe_2N も認められた。

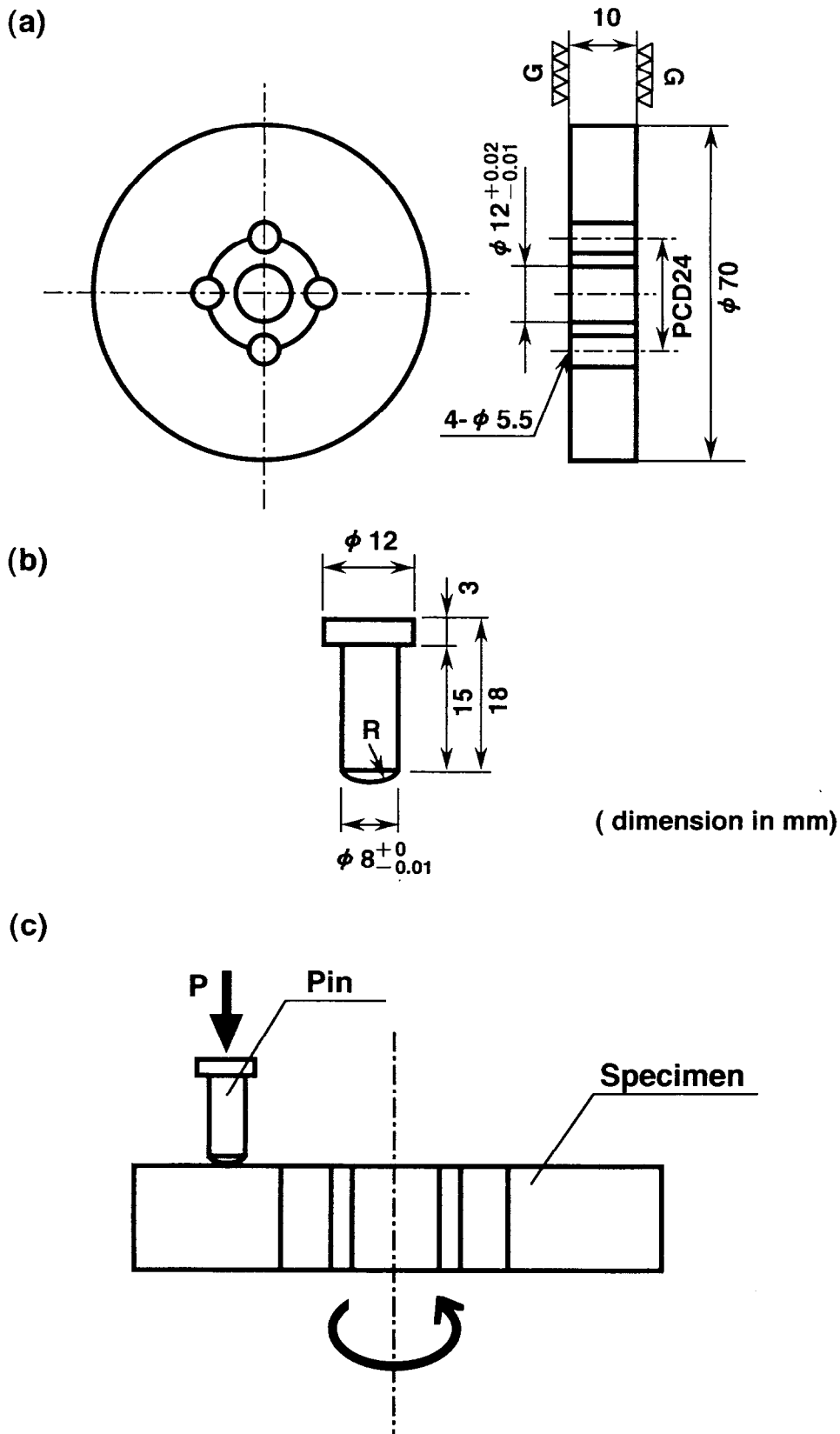


Fig. 6-6 Wear test condition; (a) disc (specimen), (b) pin, (c) specimen and pin arrangements.

Table 6-1 Surface hardness and contents of carbon and nitrogen of specimen before wear test.

Surface contents(%)	Quenching	Surface hardness(H _R C)
0.75C	403 K oil	62.5
1.1C	453 K salt	63
0.67C-0.25N	403 K oil	60
0.66C-0.38N	403 K oil	61
0.67C-0.65N	403 K oil	63
0.70C-0.70N	453 K salt	60.5
0.67C-0.80N	453 K salt	60.5
0.70C-0.86N	348 K oil	64
0.70C-0.88N	348 K oil	64

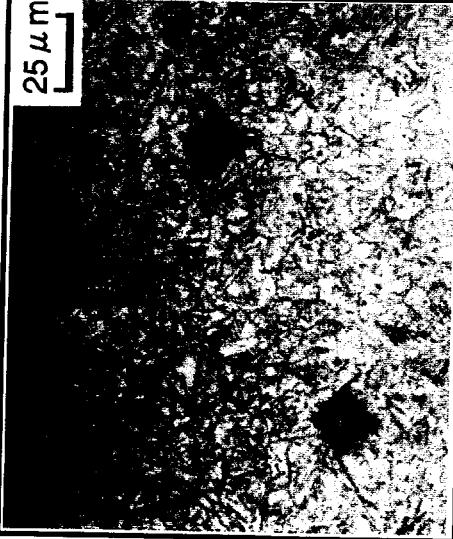
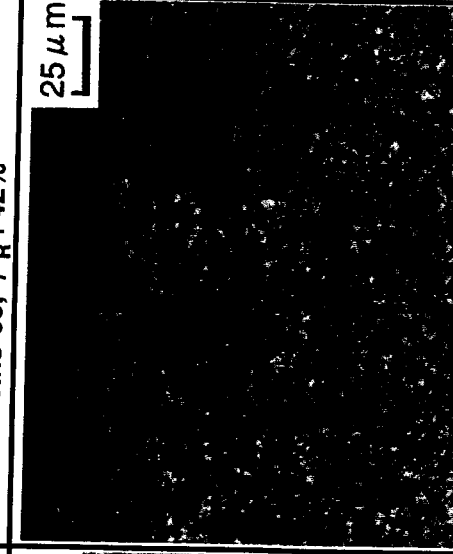
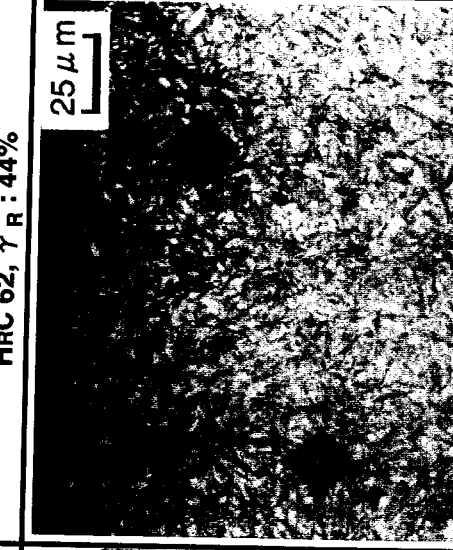
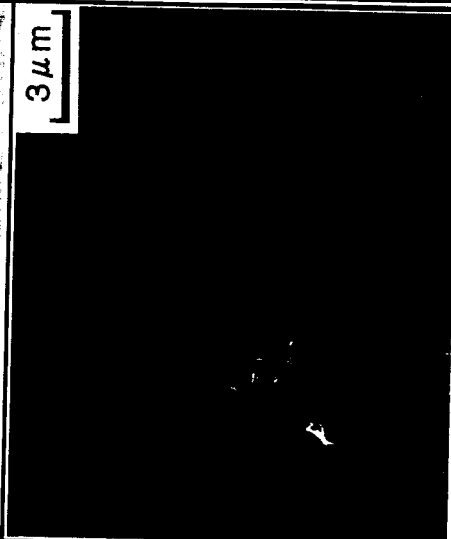


	0.67C-0.80N (433K salt-quenched) HRC 60.5, γ_R : 48%	0.67C-0.65N (403K salt-quenched) HRC 63, γ_R : 42%	1.1C (433K salt-quenched) HRC 62, γ_R : 44%
Optical micrographs			
SEM micrographs			

Fig. 6-7 Optical micrographs for cross-sections of surface layers of JIS SCr420H steel with different surface contents of carbon and nitrogen; γ_R : amount of retained austenite, %.

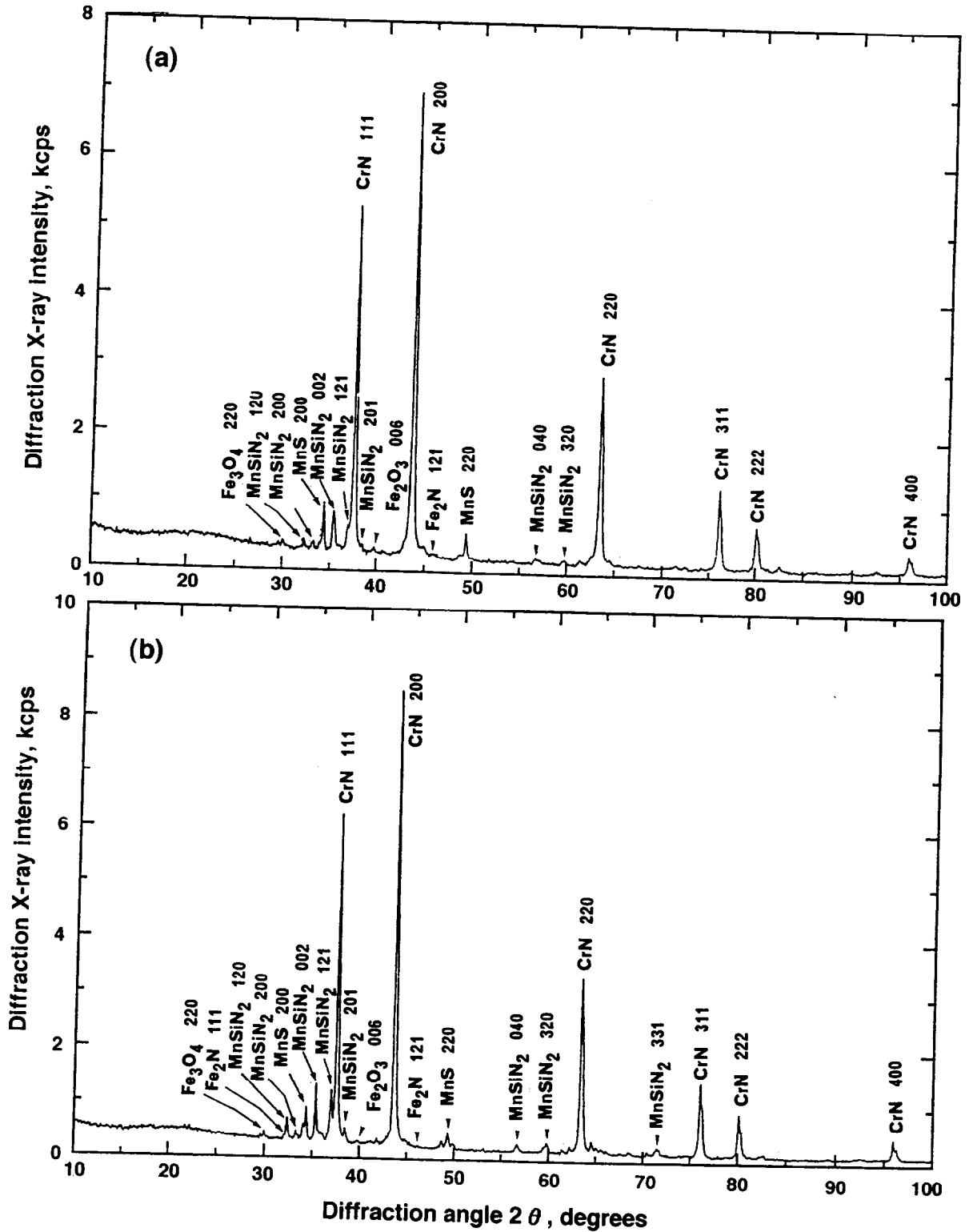


Fig. 6-8 X-ray diffraction patterns of extracted residue after electropolishing to a depth of 100 μm from the surface of JIS SCr420H steel for two different quenching conditions; (a) 0.67C-0.80N, 433 K salt-quenched, (b) 0.67C-0.65N, 403 K oil-quenched.

その他、非金属系介在物であるMnSおよび鉄系酸化物が認められた。

3. 2. 2 TEM組織

試験片の表層部の抽出レプリカのTEM観察を行った。Fig. 6-9(a)-(d)は、塩浴焼入した浸炭窒化処理(0.67C-0.80N)材の表面下約40 μ m位置でのTEM像である。明視野像(Fig. 6-9(a))に多数見られる立方体状の析出物は、制限視野電子回折像(Fig. 6-9(b)(d))より、CrNであることが分かる。0.1 μ m以下の微細なものが多い。暗視野像(Fig. 6-9(c))からもその分散状況が良く分かる。一方、Fig. 6-10(a)-(d)は、油焼入した浸炭窒化処理(0.67C-0.65N)材のTEM像である。同様にCrNの析出が認められるが、そのサイズは0.2 μ m程度以上の比較的大きいものが多く、0.1 μ m以下の微細なCrNは少ない。CrNは、1113 Kでの浸炭窒化時にすでに析出し始めているものと思われるが、本観察位置のような表面近傍のCrNは焼入時に析出したものと思われる。油焼入でのCrNのサイズが比較的大きいのは、焼入時の高温域での冷却速度が、塩浴の場合より遅いことが原因である可能性が考えられる。

3. 2. 3 摩擦摩耗試験結果

Fig. 6-11は、試験後の表面に発生した摩耗状況の例を示したものである。浸炭窒化材は、浸炭のみ材に比較し摩耗が軽微である。最大摩耗深さを表面窒素量で整理した結果をFig. 6-12に示す。窒素量の増加と共に摩耗量が低減していることが分かる。この侵入窒素の効果は、浸炭のみでの炭素量の0.75%から1.1%への増量の効果よりも大きい。また、同じ侵入窒素量の浸炭窒化材においても、塩浴焼入材の方が、表面硬さが低いのに関わらず、油焼入材よりも、わずかではあるが摩耗量が小さくなる傾向が見られる。侵入窒素量の増加によって耐摩耗性が向上する原因は、まずCrNの析出によることが考えられる。すなわち、侵入窒素量の増加によって、CrNの析出量が増加すること、そして、高温域での冷却速度が速い塩浴焼入の方が、CrN粒子サイズが細かく、数が多くなるためと考えられる。次に、浸炭窒化処理材では、固溶窒素による影響も考えられる。

Fig. 6-13(a)-(c)は、試験片表面直下(表面下約20 μ m)から薄膜を採取し、TEM観

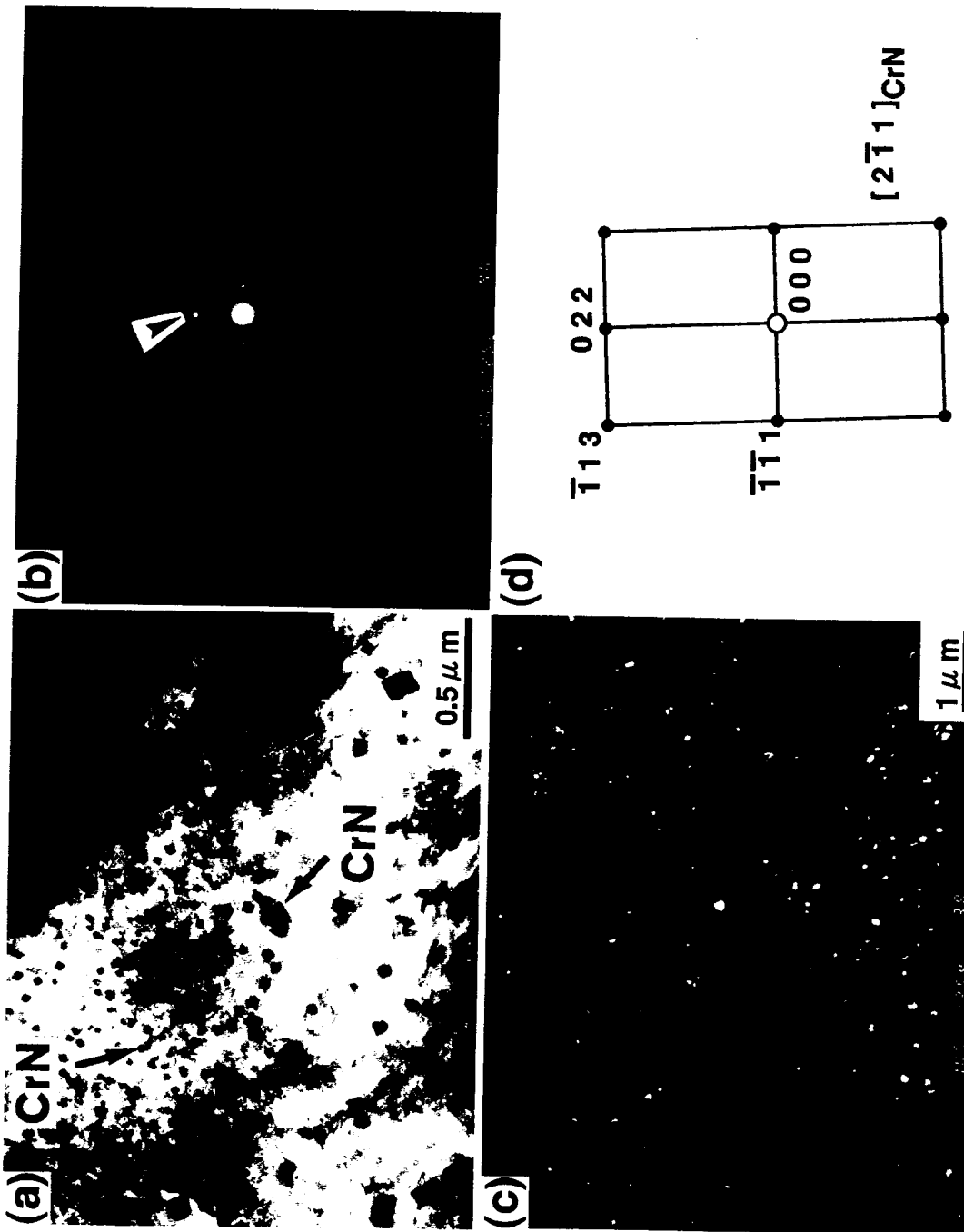


Fig. 6-9 TEM micrographs at a depth of 40 μm of JIS SCr420H steel carbo-nitrided to 0.67C-0.80N and quenched in salt at 453 K; (a) bright-field image, (b) selected area diffraction pattern, (c) dark-field image corresponding to spot shown by arrow in (b), (d) explanation of (c).

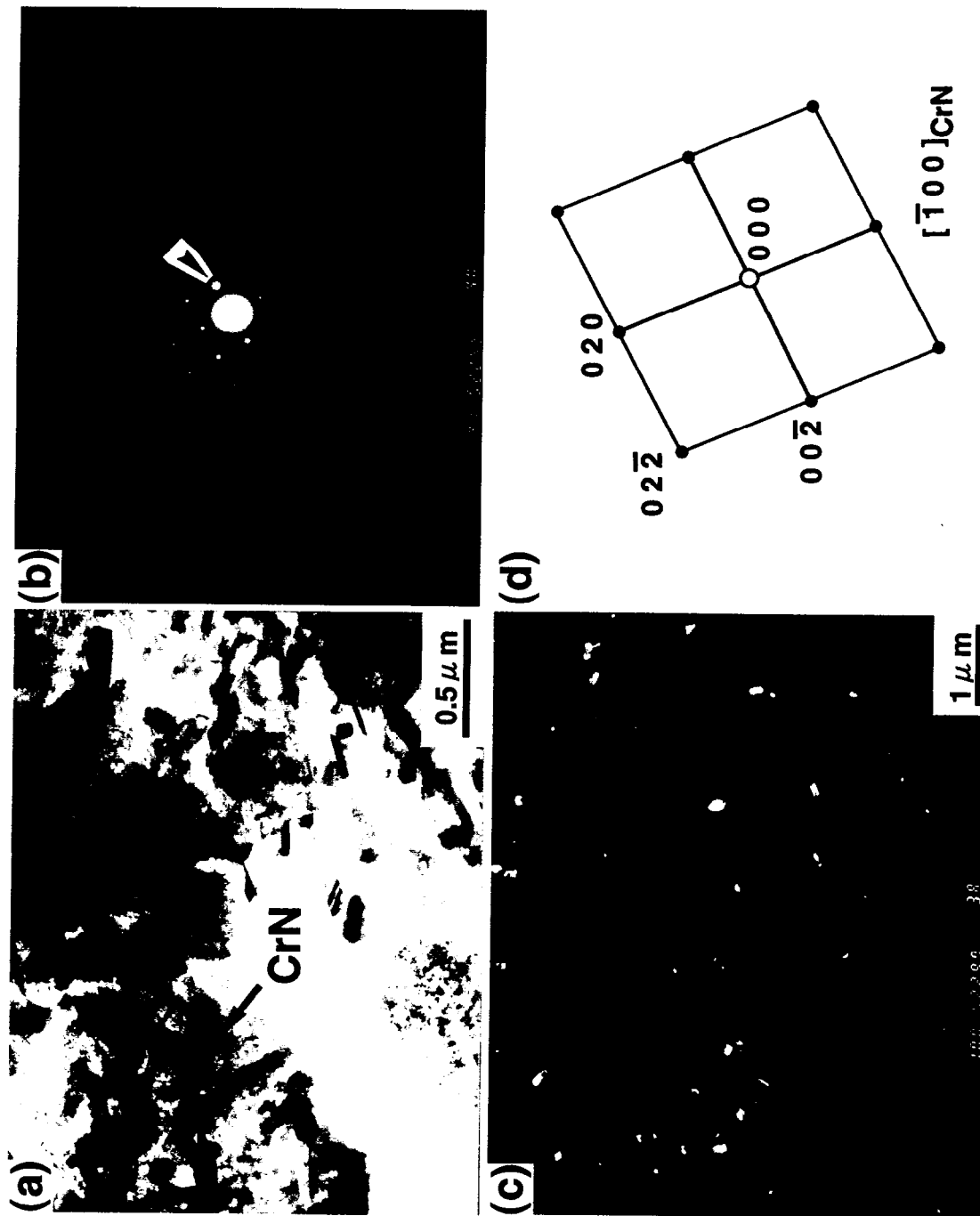


Fig. 6-10 TEM micrographs at a depth of 40 μm of JIS SCr420H steel carbo-nitrided to 0.67C-0.65N and quenched in oil at 403 K; (a) bright-field image, (b) selected area diffraction pattern, (c) dark-field image corresponding to spot shown by arrow in (b), (d) explanation of (c).

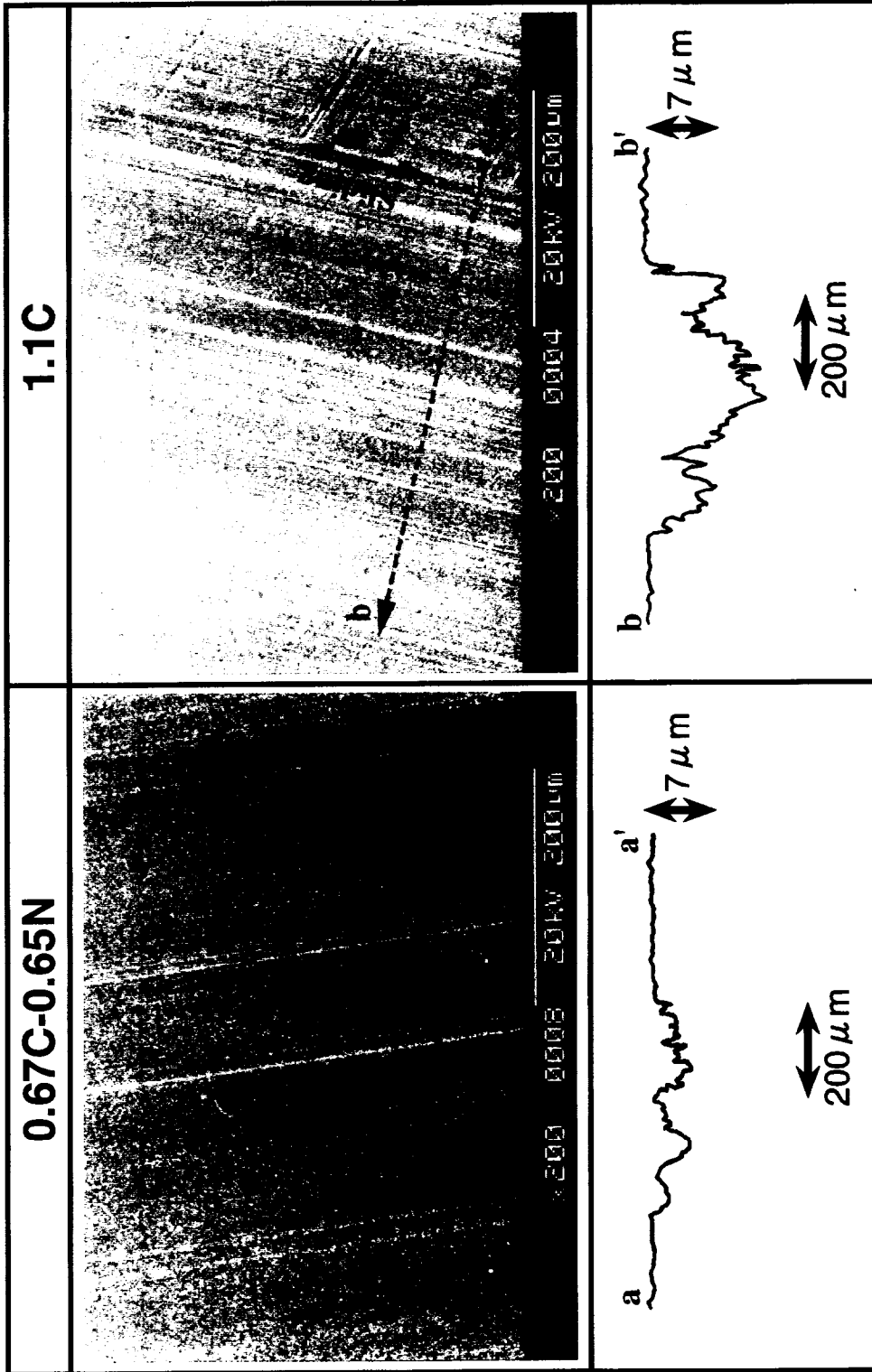


Fig. 6-11 Difference in surface wear damage after the test of the JIS SCr420H steel carbo-nitrided to 0.67%C-0.65%N and quenched into 433K-salt (left), and carburized to 1.1%C and quenched into the salt (right) .

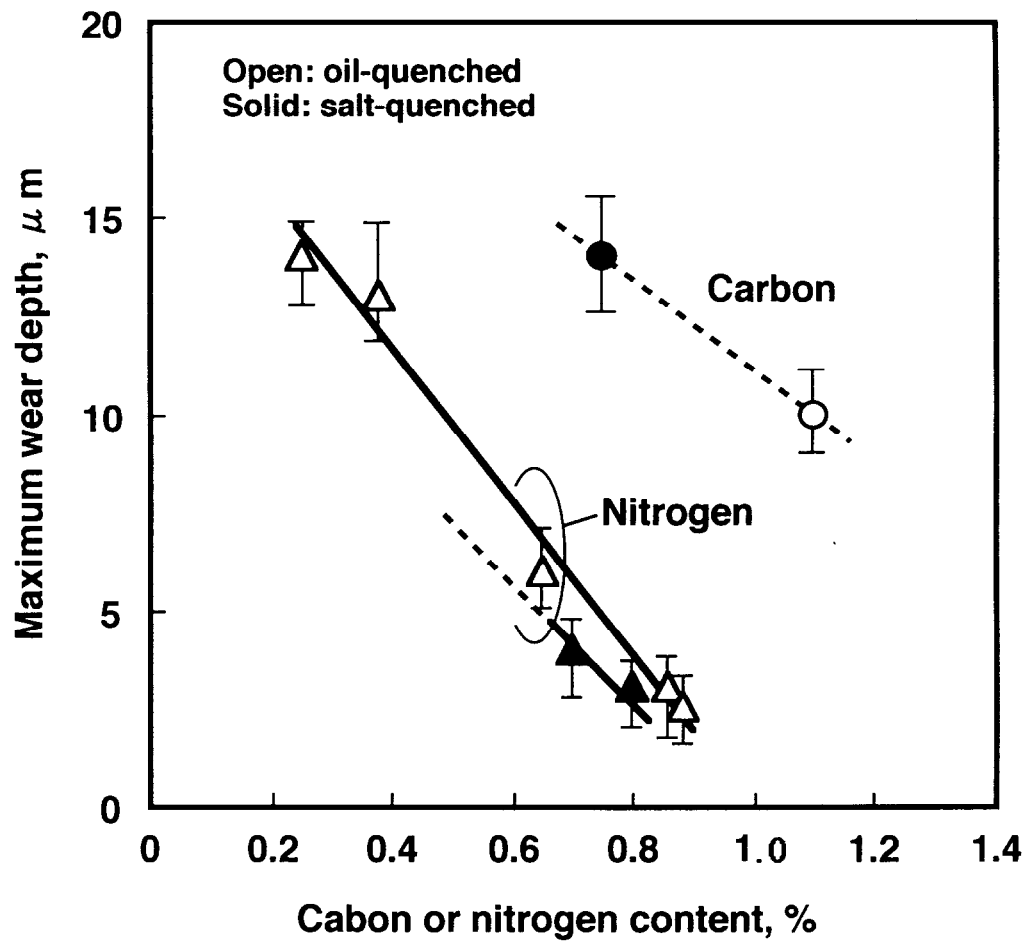


Fig. 6-12 Effects of carbon and nitrogen content on maximum wear depth.

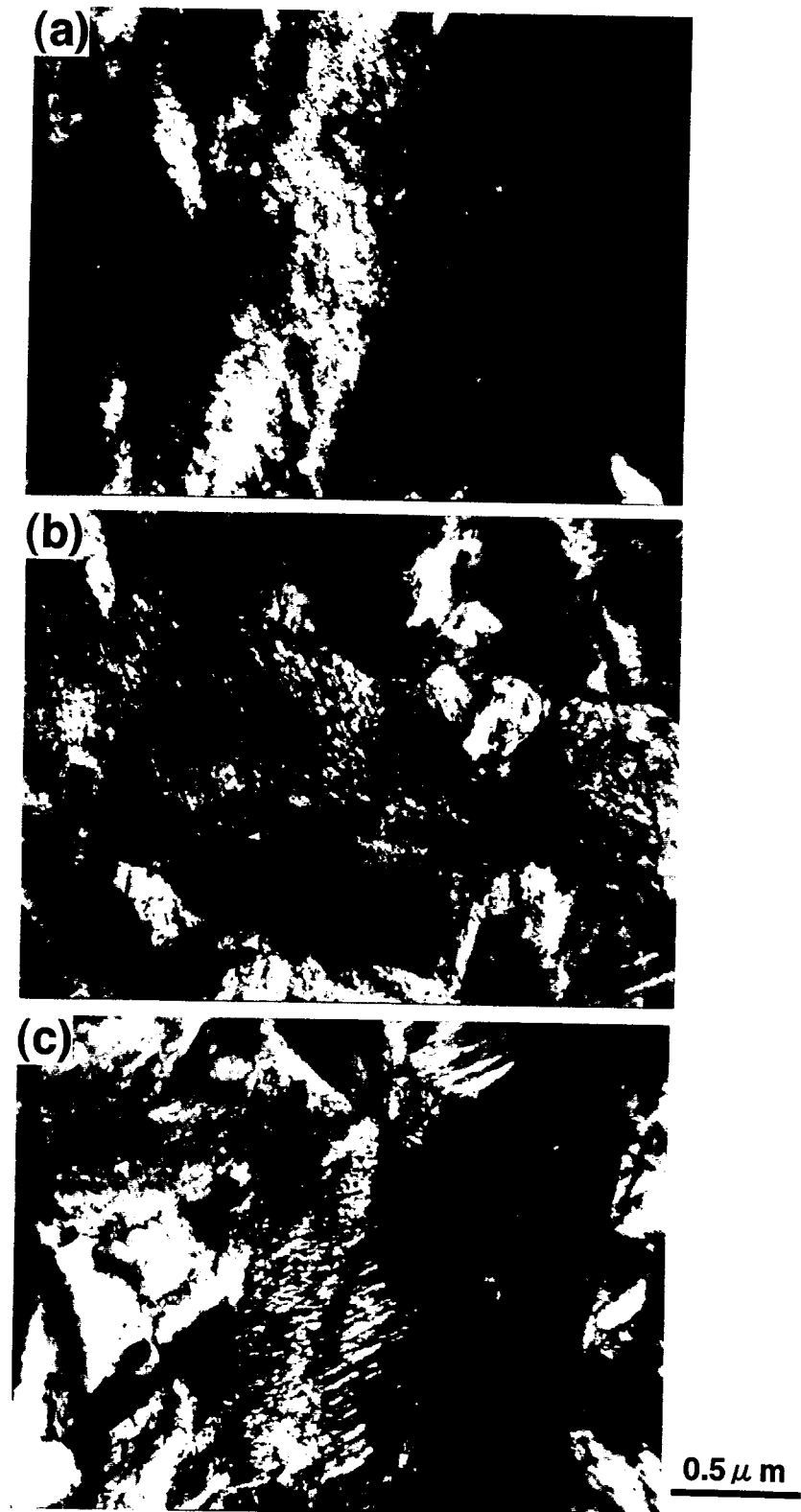


Fig. 6-13 TEM micrographs of surface layers of specimens carbo-nitrided to 0.67C-0.80N and quenched in salt at 433 K; (a) before wear testing, (b) after the testing, (c) after tempering (a) at 573 K for 10.8 ks.

察したマルテンサイト組織である。Fig. 6-13(a)は、未試験面、Fig. 6-13(b)は、試験終了面直下の組織である。未試験面では、マルテンサイト晶中には、粒状CrNの他、 η -Fe₂Cと思われる（確認はできていない）微細析出物の他、特に析出物は見られなかった。試験終了後(Fig. 6-13(b))は、マルテンサイト晶中に見られる微細双晶面に沿ってFe₃Cと思われる析出が観察されたことから、焼戻しのいわゆる第2段階(約553 K)から第3段階(573 K~773 K)にまで進んでいることが考えられる。そこで、未試験片について573 K - 10.8 ksの焼戻しを行った後の組織(Fig. 6-13(c))と比較した。接触面に負荷された応力による析出への影響¹⁰⁾も考慮する必要があるため、接触面温度は必ずしも明確にはできないが、573 K - 10.8 ksの焼戻組織と類似していることが分かった。これらのことから、接触面直下における、試験過程での α'' -Fe₁₆N₂さらには γ' -Fe₄Nの析出による析出強化も、耐摩耗性の向上に寄与しているものと考えられる。

4. 結 言

最も広く使われている実用鋼であるJIS SCr420H鋼に、浸炭窒化処理を行い、高負荷条件下での接触疲れおよび摩擦摩耗特性に及ぼす窒素量の影響について検討した結果、以下のことが分かった。

- (1) 浸炭窒化処理材は、侵入窒素量が約0.4%までは窒素量の増加と共にピitting寿命が向上する。侵入窒素量が約0.4%の時、浸炭のみ材に比較し10倍以上寿命の向上が認められた。侵入窒素量がさらに増加すると、特に0.55%N以上ではCrNの析出に起因する不完全焼入相が出現しやすくなり寿命は低下し始める。
- (2) ピitting寿命の向上は、接触面での発熱による γ' -Fe₄Nの析出による析出強化が主たる原因であり、残留オーステナイトによる影響は小さい。また、ピitting寿命は、接触面での573 Kの焼戻硬さと正の相関が認められる。
- (3) 摩擦摩耗特性は、侵入窒素量の増加と共に向上する。この窒素の効果は、浸炭のみにおける、炭素量の0.75%から1.1%への増加による効果よりも優れる。この原因は、固溶窒素による効果に加え、浸炭窒化処理ならびに焼入時に析出したと思われる硬質のCrN粒子の存在によると考えられる。

参考文献

- 1) P. Ferguson: Metallurgical Transactions A, 16 A (1985) 1, 45.
- 2) C. France, H. Klocker, J. Le Coze and A. Fraczkiwicz: Acta mater., 45 (1997) 7, 2789.
- 3) J. M. Prado, J. L. Arques: Journal of Material Science, 19 (1984) 4, 2980.
- 4) L. Kiessling: Heat Treatment of Metals, 7 (1980) 4, 97.
- 5) K. Nakamura, K. Mihara, Y. Kibayashi and T. Naito: "Improvement on the Fatigue Strength of Case Hardened Gears by a New Heat Treatment Process"; SAE paper 821102.
- 6) C. Razim: Harteri Technische Mitteilungen, 22, Heft 4 (1967), S. 32.
- 7) O. W. McMullan: Metal Progress, 81 (1962) 4, 67.
- 8) E. Szpurnar, J. Bielanik: Heat Treat., 84 (1984), 1.
- 9) 菊池雅男, 小峰厚友, 大林靖忠: 材料, 38 (1989) 425, 111.
- 10) 佐藤彰一, 加藤雅治: 技術資料「相変態・析出に及ぼす応力の影響」, 鉄と鋼, 69 (1983) 14, 1531.

第七章 軟窒化後高周波焼入れしたCr-Mo-V鋼の接触疲れ

1. 緒言

浸炭窒化処理は、炭素および窒素の鋼中への拡散時間を要するため、有効な硬化深さを得るには、1203Kの浸炭性ガス雰囲気中においても通常数時間以上の処理時間を必要とする。一方、高周波焼入れは、表層部の炭素および窒素濃度を高めることはできないが、表層のみの加熱を効率的に行うため、数秒で所定の深さまで硬化層を付与できる利点を有する。

ところで、近年、従来の種々の熱処理を活かし、複数の熱処理をうまく組み合わせた複合熱処理¹⁻³⁾によって、単独処理以上に鋼を強化する研究⁴⁻¹³⁾がなされている。例えば、JIS S48C鋼およびJIS SCM3鋼を用い、塩浴軟窒化(商品名: タフトライド^{註1)}処理後高周波焼入れした研究⁷⁾では、回転曲げ疲れの疲労限応力がタフトライド処理単独に比し、いずれの鋼も約50%、高周波焼入れ単独に比し、各々20%および25%向上すること、そしてこの原因が、窒素を含む微細なマルテンサイトおよび硬化層が深くなることにあると報告している。接触疲れ強さについては、船舶用の大型歯車を想定し、イオン窒化後高周波焼入れした3%Cr-Mo鋼について、最大ヘルツ応力2.0GPaまでの二円筒ころがり試験を行い、いずれの単独処理よりもピitting強度が著しく優れること⁸⁾が報告されている。

しかし、このような複合熱処理の効果について、すべりを伴うと同時に3.0GPa以上の高い接触応力下での疲れ特性や母材の合金成分の影響についての詳細な研究報告は見当たらない。

そこで、本章では、中炭素鋼であるJIS S55C鋼(C=0.52~0.58%)、およびS55C鋼にCr, Moそして軟窒化性を向上させるV^{14,15)}を0.3mass%添加したCr-Mo-V鋼を用い、タフトライド処理後高周波焼入れした場合の接触疲れ特性、およびそれに及ぼす合金

^{註1)} デグッサ社(ドイツ)の開発による。J. Muler: Metalloberflache., (1955) Heft 4, 52. 窒素と同時にわずかながら炭素も侵入する。

成分の影響について、高周波焼入れ単独処理との比較により検討した。

2. 実験方法

2. 1 供試鋼

供試鋼の化学成分をTable 7-1 に示す。S55C鋼に、0.5mass%Cr, 0.3mass%Mo, および0.3mass%Vを添加したA鋼を基本鋼とし、さらに炭素, Si, Mn, Ni, およびMoをそれぞれ増量したB~F鋼を用いた。JIS S55C鋼は、比較鋼として用いた。

これら各鋼は、真空溶解を行い ϕ 30mmに熱間鍛造した後、1093 K - 7.2 ksの焼ならしを行った。炭素濃度の高いA鋼(0.7mass%C)のみ、靱性および機械加工性を改善させる目的で球状化焼鈍を行った。その後、第五章で作成したローラーピッチング試験片と同一形状の試験片を作成した。

2. 2 表面硬化熱処理

タフトライド処理は、Fig. 7-1 (a) に示すように、KCN: 4.5%, KCNO: 35%からなる塩浴中にて、853 K- 5.4 ks軟窒化処理した後、413 Kへの油冷を行い、さらに空冷した。

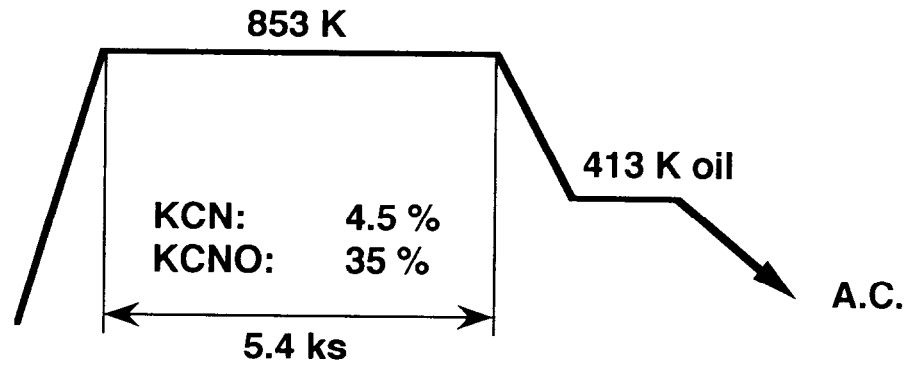
タフトライド処理後さらに高周波焼入れを行った。高瀬ら⁵⁻⁷⁾は、タフトライド処理により生成した表層のFe窒化物(ϵ -Fe₂₋₃Nおよび γ' -Fe₄N相、通称化合物層あるいは白層という)は、約973 K以上で完全に分解すること、また高周波加熱では1123 K - 8 sの加熱で完全に消失することを報告している。

著者らは、表層部の脆い化合物層を完全に分解させること、および実用的な見知から有効硬化深さ(513 Hv以上)を約2.3mmとするために、高周波焼入れ条件を、Fig. 7-1(b) のようにした。すなわち、周波数200kHz, 約120kWにて表面温度1123Kになるまで0.75s 間で昇温させ、さらに約150kWにて0.7s 間1423Kまで昇温させた後、常温の噴流水にて焼入れした。尚、表面温度は、 ϕ 26mm部位最表面を放射温度計により測温した。また、比較のため、高周波焼入れ単独処理も次の条件にて行った。周波

Table 7-1 Chemical composition of the steels used (mass%).

Steels	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V
S55C	0.53	0.25	0.66	0.016	0.013	0.01	0.30	0.01	-
A	0.53	0.25	0.81	0.005	0.015	0.01	0.49	0.29	0.30
B	0.71	0.21	0.84	0.004	0.015	0.01	0.49	0.29	0.30
C	0.55	0.99	0.84	0.004	0.015	0.01	0.49	0.29	0.30
D	0.54	0.21	1.31	0.004	0.014	0.01	0.49	0.28	0.27
E	0.55	0.26	0.82	0.004	0.014	1.48	0.50	0.31	0.31
F	0.55	0.26	0.82	0.004	0.014	0.01	0.49	0.81	0.31

(a)



(b)

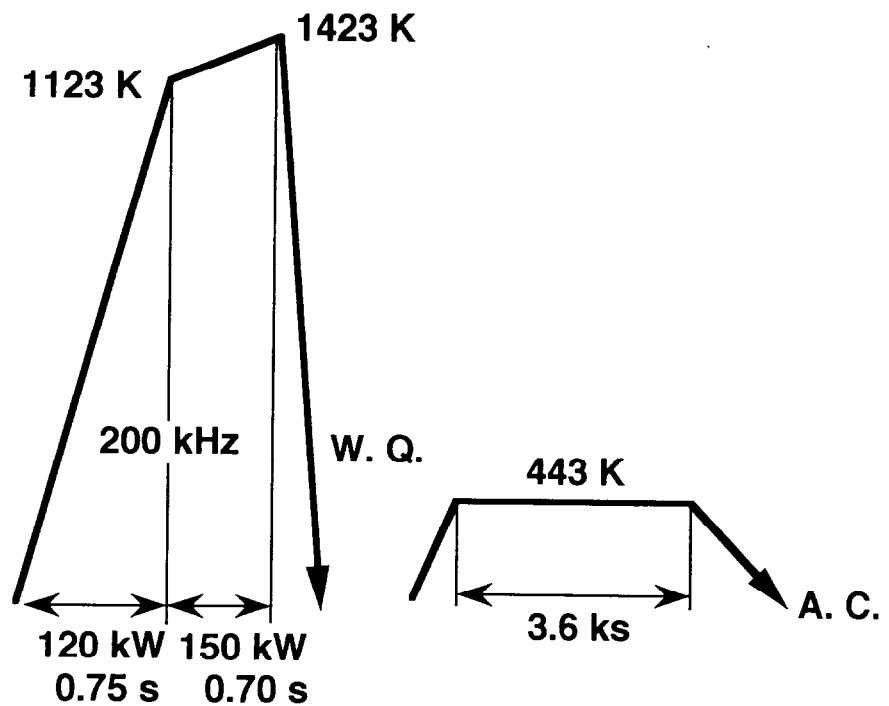


Fig. 7-1 Schedules for surface treatments; (a) tufftriding, (b) induction-hardening and tempering.

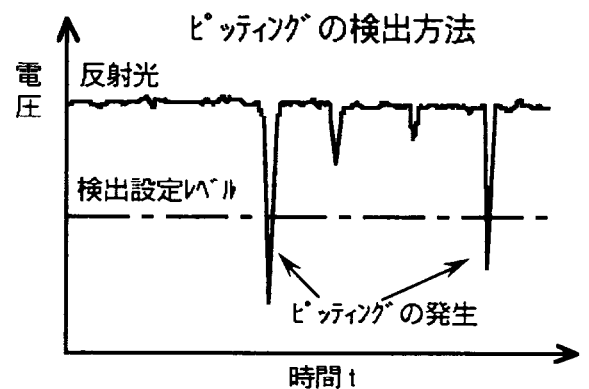
数30kHz, 約350kWにて, 表面温度が1423Kにまで0.75s間で昇温させ, 常温の噴流水にて焼入れした. $\phi 26\text{mm}$ 丸棒を用いた予備実験では, 有効硬化深さは, 複合熱処理の場合とほぼ同じ2.2~2.5mmであり, 合金成分量の差による影響も小さかった.

焼入後は, いずれも, 電気炉にて443 K - 3.6 ksの焼戻し(Fig. 7-1(b))を行った. 試験片表面は, わずかに酸化層が見られたが, 長手方向の表面粗さはいずれの試験片も $R_{\text{max}}=4\sim 8\mu\text{m}$ でありほぼ同じ表面性状であった. 尚, 全試験片について磁気探傷検査により焼割れ欠陥のないことを確認した後, そのまま試験に供した.

2. 3 接触疲れ試験

以上のように作成した試験片について, 第五章で述べたローラーピッチング試験を行った. 相手材である従動(大)ローラーは, 焼入焼戻したJIS SUJ2鋼(高炭素クロム軸受鋼, 1%C-0.25%Si-1.5%Cr)を用いた. 接触面圧(ヘルツ面圧)は, 3.68GPa, 回転数は1500rpmとし, -40%のすべりを付加した(試験片の周速 $v_1=2.04\text{ m/s}$, 大ローラーの周速 $v_2=2.86\text{ m/s}$, すべり速度 $v_1-v_2=-0.82\text{ m/s}$). 耐熱性の高いポリウレア系グリースの基油を353Kに保温し常時2 l/minなる量で接触部に噴射させながら試験を行った.

ここでは, 表面破損の検出には, 光学式センサーを用いた. 光検出プローブの端面と小ローラー(試験片)表面間の距離を約0.8mmとなるように設定し, プリアンプにより, 小ローラー表面に投光させ, 反射した光を電圧に変換することによって, 下図のように電圧の変化から表面破損を検出し, 機械を自動停止させる方法を採用した. なお, 表面破損の発生後, 自動停止させるまでの時間は, 60~120sになるよう調整した. 表面破損の判定レベル(検出電圧レベル)は, 第五章で記述したように擬似試験片での実測値を基に調整した. 各試験片について, 自動停止するまでの小ローラーの回転数(N_f , cycles)を測定した.



3. 実験結果および考察

3. 1 ミクロ組織と硬さ分布

A鋼の表層部の光学顕微鏡写真をFig. 7-2(a) - (c)に示す。タフトライド処理ままでは、最表面に白く見える厚さ約 $25\mu\text{m}$ の化合物層が認められる(Fig. 7-2(a))。この化合物層は、主に $\varepsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$ 、 $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$ 相からなる⁵⁾ことがX線回折から明らかにされている。高周波焼入れ単独の組織(Fig. 7-2(b))は、ラス状マルテンサイトを主体に、一部針状マルテンサイトが共存した焼戻しマルテンサイト組織である。これらの組織は、鋼種間に大きな差異は見られなかった。タフトライド処理後、さらに高周波焼入れした場合、Fig. 7-2(c)のように、化合物層の大半が消失すると共に、高周波焼入れ単独の場合に比し非常に緻密な焼入組織を呈している。マルテンサイトラスが細くなることは、Fe-C-N3元系合金においても観察されており、これは窒素による組成のミクロな不均一化、すなわちマルテンサイト変態開始温度(Ms点)の局所的な不均一化が原因である¹⁶⁾としているが、なぜその不均一化が生じるかが明らかでなく、必ずしも明確にはなっていない。しかし、少なくとも高周波加熱過程でオーステナイト(γ)相への窒素の固溶によりMs点が低下したことが、緻密化の重要な要因ではないかと思われる。さらに明確にするには、高窒素によるマルテンサイト格子の変化およびオーステナイトとマルテンサイト間の自由エネルギー(すなわち変態の駆動力)の変化¹⁷⁾をも考慮した解析が必要かもしれない。また深さ約 $20\sim 80\mu\text{m}$ には残留オーステナイト(白色の三角形状の相)が見られ、その量は高周波焼入れ単独の場合より多い。この傾向は他の鋼種についても同様であった。

試験片表面を約 $40\mu\text{m}$ 電解研磨した後、X線回折法により残留オーステナイト量および残留応力値を測定した。Table 7-2に示すように残留オーステナイトは、高周波焼入れ単独に比しタフトライド後高周波焼入れの場合、いずれの鋼種も増加しており、特にD, F鋼では多量に認められた。一方圧縮残留応力値は、タフトライド後高周波焼入れでは、残留オーステナイト量が特に多くなったD, E鋼は高周波焼入れ単独よりも低下しているが、それ以外の鋼は、同等かわずかに増加する傾向が見られた。これは、

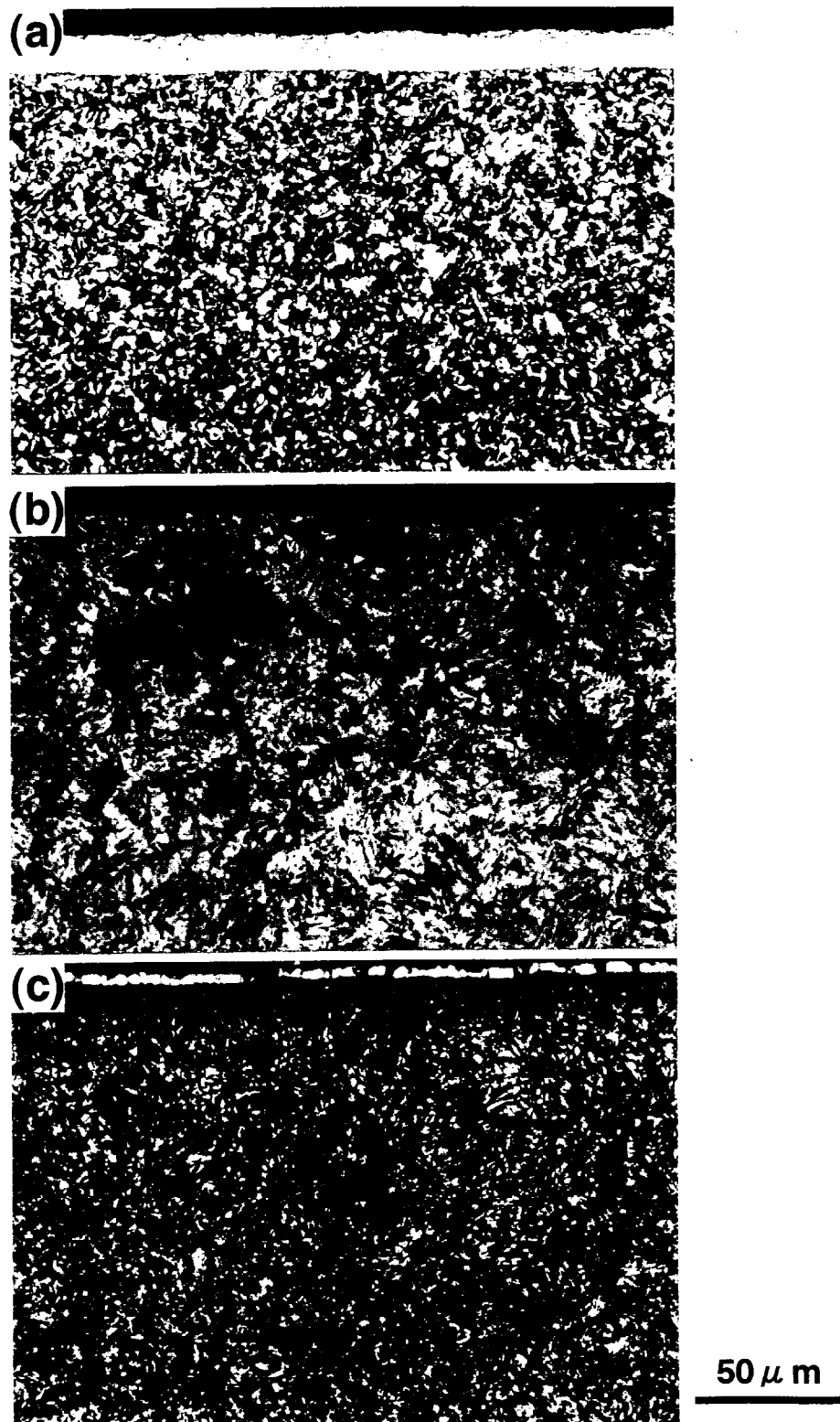


Fig. 7-2 Cross-sectional views of surface layer (optical micrographs) of the steel A after (a) tufftriding, (b) induction-hardening and (c) both tufftriding and induction-hardening.

Table 7-2 Amount of retained austenite (γ_R) and residual stress (σ_R) of surface in roller-pitting test specimens containing each element.

Steels	Amount of retained austenite γ_R %		Residual stress σ_R MPa	
	Induction-hardened	Tufftrided and induction-hardened	Induction-hardened	Tufftrided and induction-hardened
A	4.7	14.7	-553	-562
B	15.8	24.6	-471	-518
C	7.9	18.9	-564	-657
D	6.4	33.2	-526	-482
E	7.5	35.5	-492	-405
F	4.4	23.0	-516	-548

窒素が固溶したことによって生じるマルテンサイトの格子歪みの増大に起因する¹⁸⁾と考えられる。

Fig. 7-3(a),(b)は、試験片断面の硬さ分布(マイクロビッカース硬さ、荷重0.98N)を、A鋼およびD鋼の高周波焼入れ単独とタフトライド後高周波焼入れについて比較したものである。A鋼のタフトライド後高周波焼入れは、高周波焼入れ単独に比し、表面から0.3mm程度まで硬さが向上している。一方D鋼は、高周波焼入れ単独とタフトライド後高周波焼入れにほとんど差異は見られない。この傾向は、E鋼でも見られたが、タフトライド後高周波焼入れでは、高周波焼入れ単独に比し多量の残留オーステナイトが存在するため硬さがさほど向上しなかったものと考えることができる。B、CおよびF鋼の場合は、A鋼と同様な傾向が見られた。

3. 2 接触疲れ寿命

各々3本の試験を実施した。ピitting寿命をワイブル確率紙にプロットし、累積破損率50%の寿命(以下単に平均寿命と略記)を求めた。結果をまとめてFig.7-4に示す。いずれの鋼も、高周波焼入れ単独に比べ、タフトライド後高周波焼入れ材は寿命が向上している。しかし、その寿命の向上は、A~E鋼ではほぼ同じで、約2倍であるのに対し、Mo添加したF鋼は、約10倍にもなることが判明した。

Fig. 7-5には、これら平均寿命に及ぼす合金添加量の影響を示す。MnやNi添加は、平均寿命にほとんど影響が見られない。これは、高周波焼入れ単独およびタフトライド後高周波焼入れ、いずれにおいても同様である。炭素およびSi添加は、平均寿命を大きく向上させる。特に炭素は、0.2%の増量で約5倍に向上している。これら元素の効果に対する、両熱処理による差は見られない。0.52%Mo添加は、高周波焼入れ単独では、約1.5倍の寿命向上しか見られないが、タフトライド後高周波焼入れ材では、約6倍の寿命向上が認められた。

3. 3 表面破損形態

表面破損の典型例をFig. 7-6(a),(b)に示す。これらは、最も低寿命であったS55C鋼の高周波焼入れ材($N_f=2.81 \times 10^5$ cycles)と最も高寿命であったF鋼のタフトライド後高

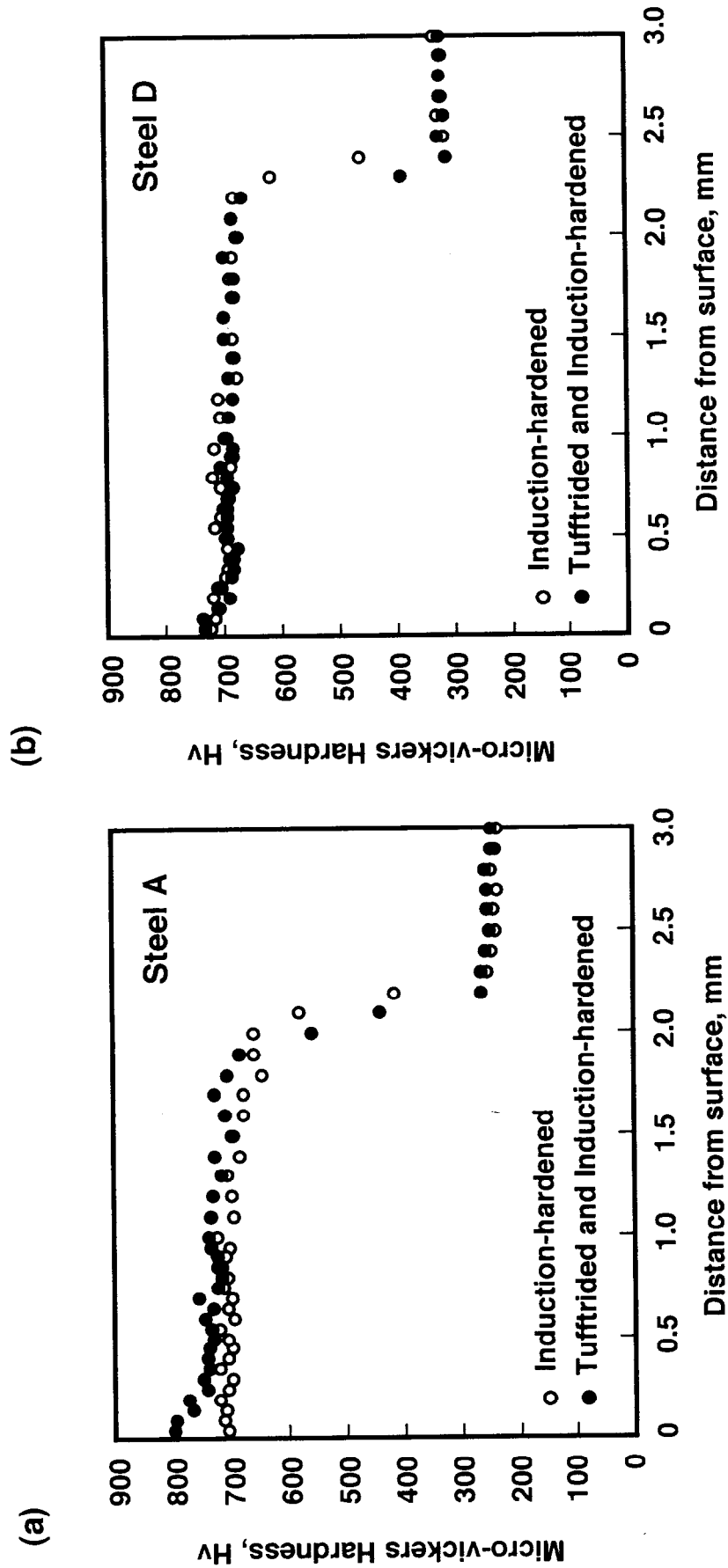


Fig. 7-3 Hardness profiles as a function of the distance from the surface of induction-hardened and tufftrided-and-induction-hardened specimens; (a) steel A, (b) steel D.

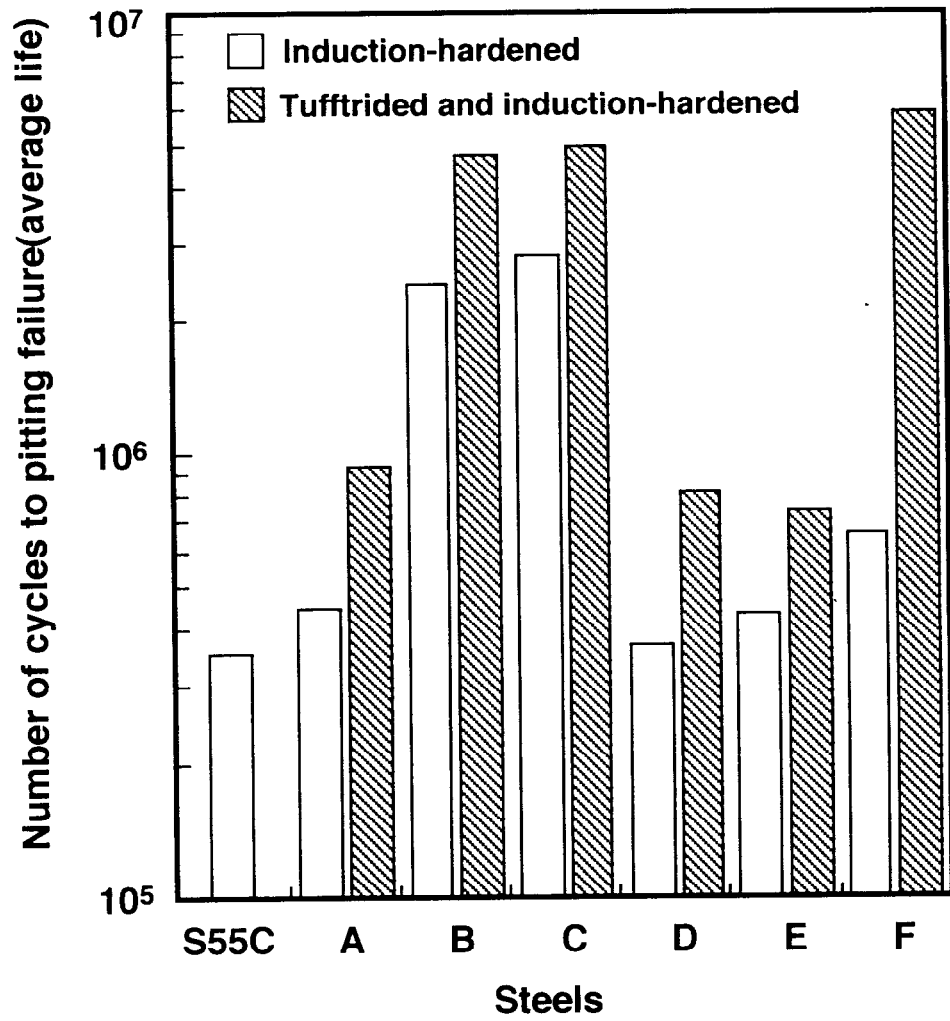


Fig. 7-4 Comparison of average life for contact fatigue of various steels which are induction-hardened, and are tufftrided and induction-hardened.

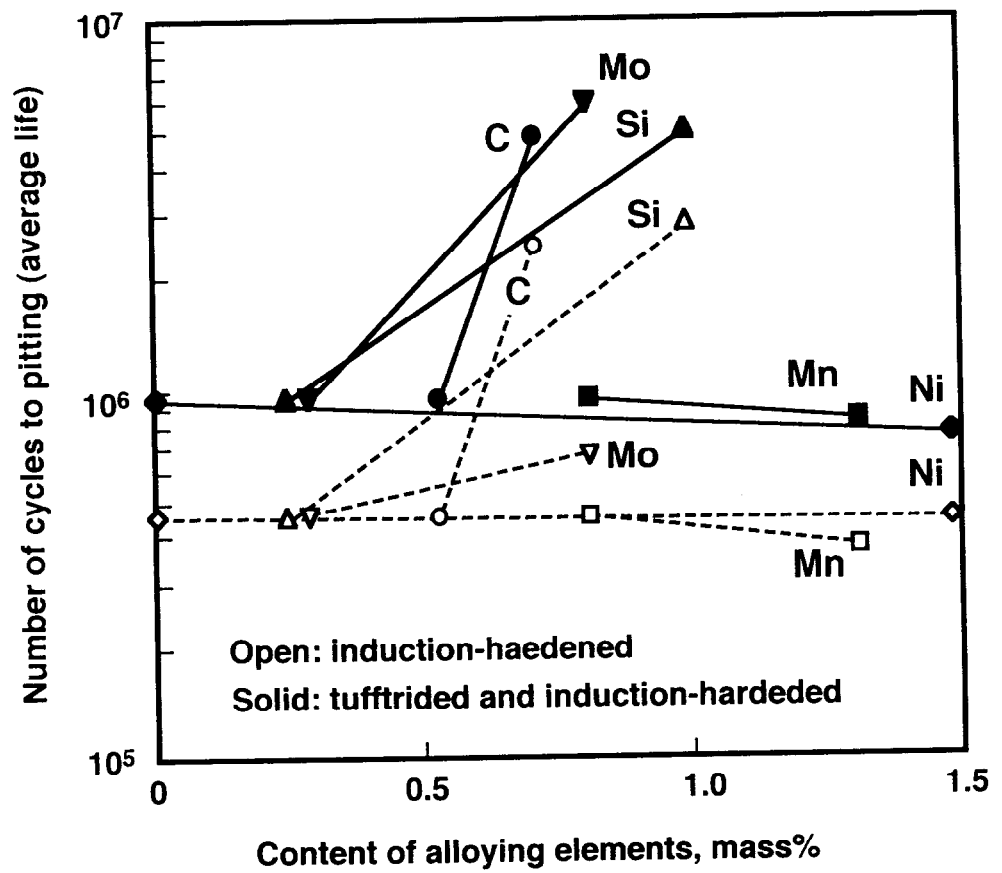


Fig. 7-5 Effect of alloying elements on average life for contact fatigue of various steels; open marks: induction-hardened, solid marks: tufftrided and induction-hardened.

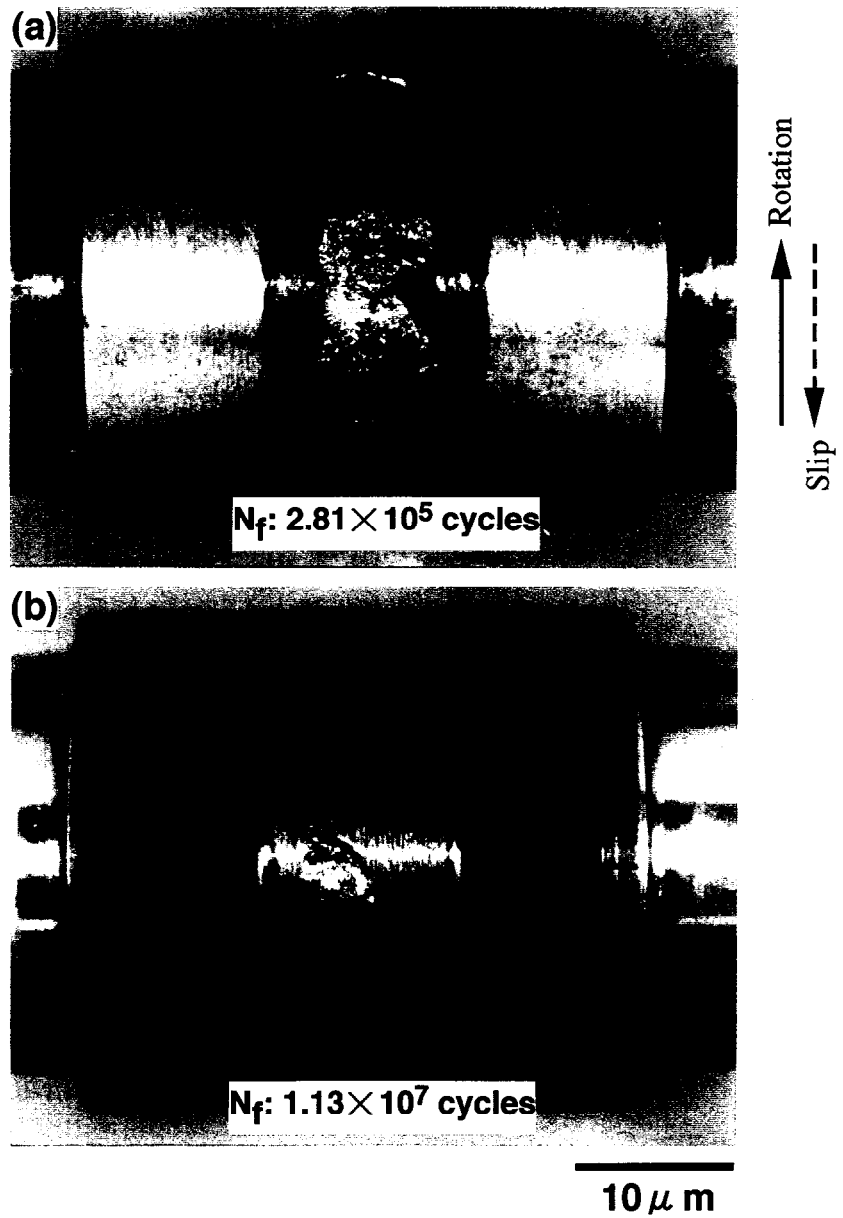


Fig. 7-6 Typical appearances for surface fracture after roller-pitting test in (a) induction-hardened JIS S55C steel and (b) tufftrided and induction-hardened steel F.

周波焼入材($N_f=1.13 \times 10^7$ cycles)である。いずれも、浸炭および浸炭窒化処理鋼の場合に見られたピittingと類似しており、浅い剥離である。高周波焼入れ単独では、剥離面積が比較的大きく、発生箇所も多く観察されるのに対し、タフトライド後高周波焼入れでは、剥離面積が比較的小さく、発生箇所も高周波焼入れ単独の場合より少ない。これらの傾向は、合金成分の異なる鋼にも認められた。

Fig. 7-7(a),(b)は、F鋼の破損初期と思われる表面クラックを示すSEM写真である。すべりを伴っているために生じた典型的なV字型の表面起点のクラックであり、ピittingと思われる。また同じ初期クラックでも高周波焼入れ単独(Fig. 7-7(a))に比し、タフトライド後高周波焼入れ(Fig. 7-7(b))では、極めて微小なものが多かった。これらの結果は、タフトライド後高周波焼入材は、クラックの進展抵抗が、高周波焼入れ単独の場合より高いことを示唆している。

Fig. 7-8は、非接触部および接触部直下のSEM写真の一例である。高周波焼入れ単独材(S55C鋼)は、組織が粗くクラックは組織に沿って進行している。一方、タフトライド後高周波焼入材(F鋼)では、前述したように高周波焼入れ単独材に比べ組織が緻密であり、クラックの進展経路もそれに対応している。ピitting破損は、クラックの発生とその伝播過程とに分けて考える必要がある¹⁹⁾が、少なくともタフトライド後高周波焼入層では、組織が緻密であることからクラック伝播抵抗が高いことが、寿命向上に有効に作用している可能性が考えられる。

3. 4 高温軟化抵抗

試験片接触部では、ヘルツの応力のうち最もピitting寿命を支配する剪断応力が最大となる位置は、すべりが無い場合、接触点より内部にあるが、すべりの増加と共に表面に移動する。本試験では、-40%ものすべりを付加しているため剪断応力の最大値は、ほとんど表面にあると考えてよい。

そこで、試験片の表面硬さとピitting寿命の関係を整理したのがFig. 7-9である。表面硬さは、試験片の非接触部直下50 μ m位置にて測定(マイクロピッカー硬さ,荷重2.9N)した5点以上の平均値である。通常、焼入マルテンサイトの硬さは、炭素量に支配されるが、高周波焼入れ単独の場合でB鋼がさほど硬くないのは残留オー

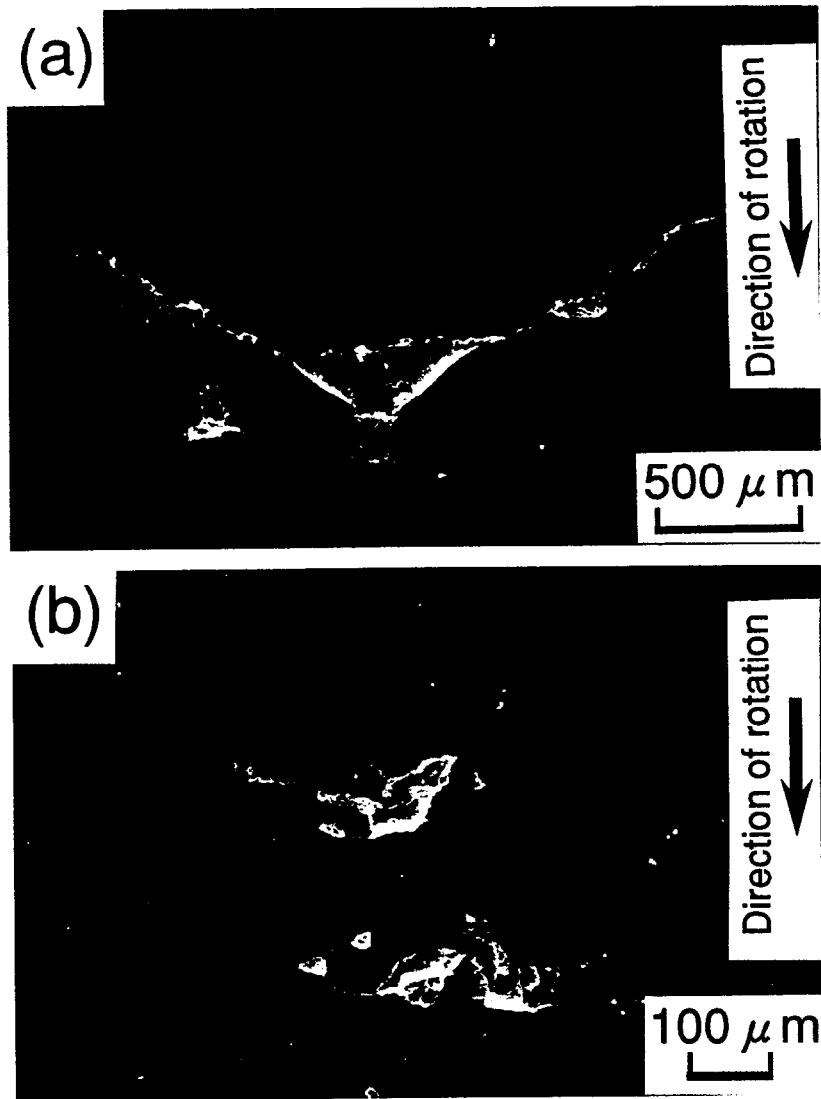


Fig. 7-7 SEM micrographs of surface crack formed at initial stage of fracture (pitting) in steel F; (a) induction-hardened, (b) tufftrided and induction-hardened.

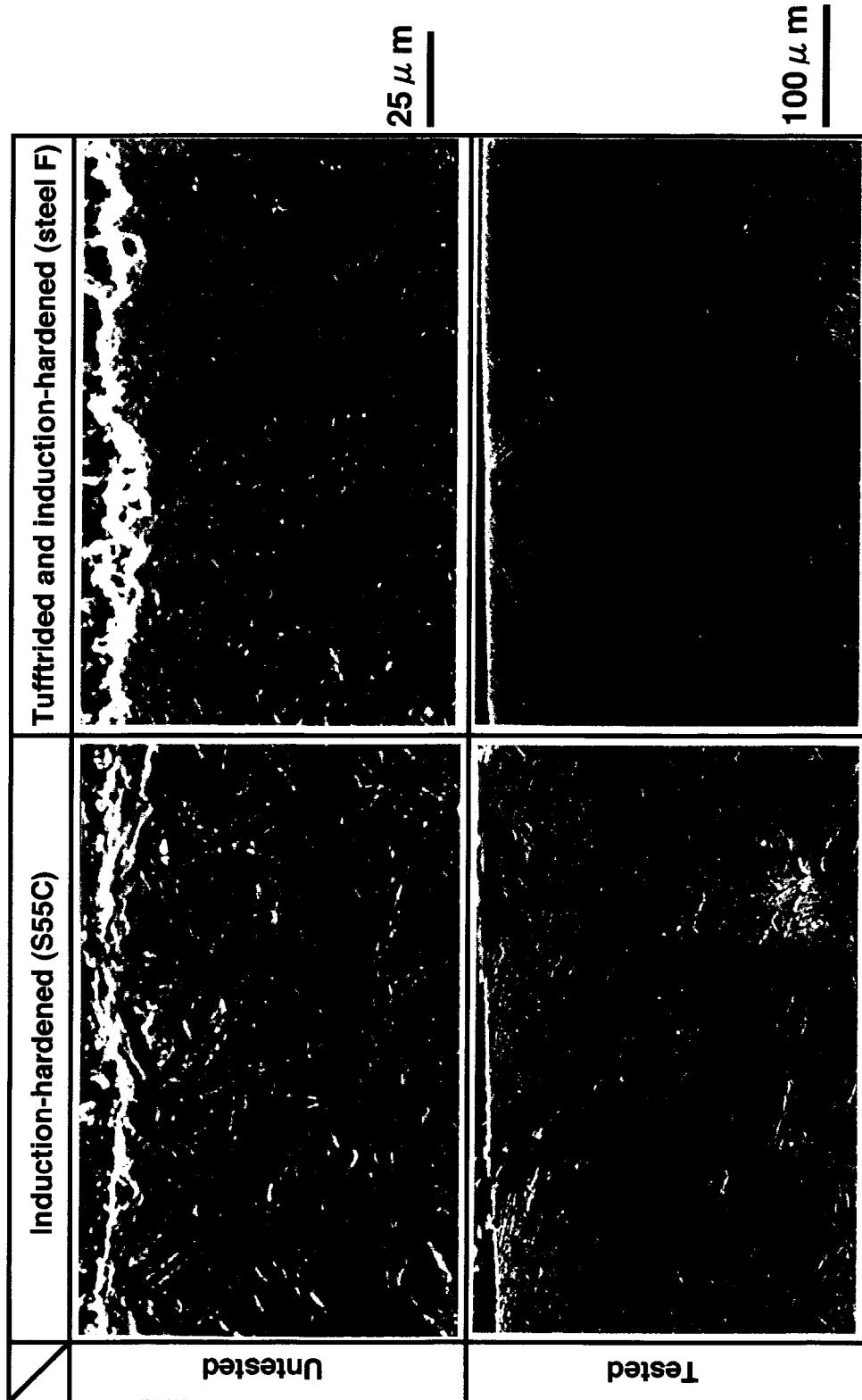


Fig. 7-8 Comparison of SEM micrographs of the surface before and after the roller-pitting test; left: induction-hardened JIS S55C steel, right: tufftrided and induction-hardened steel F.

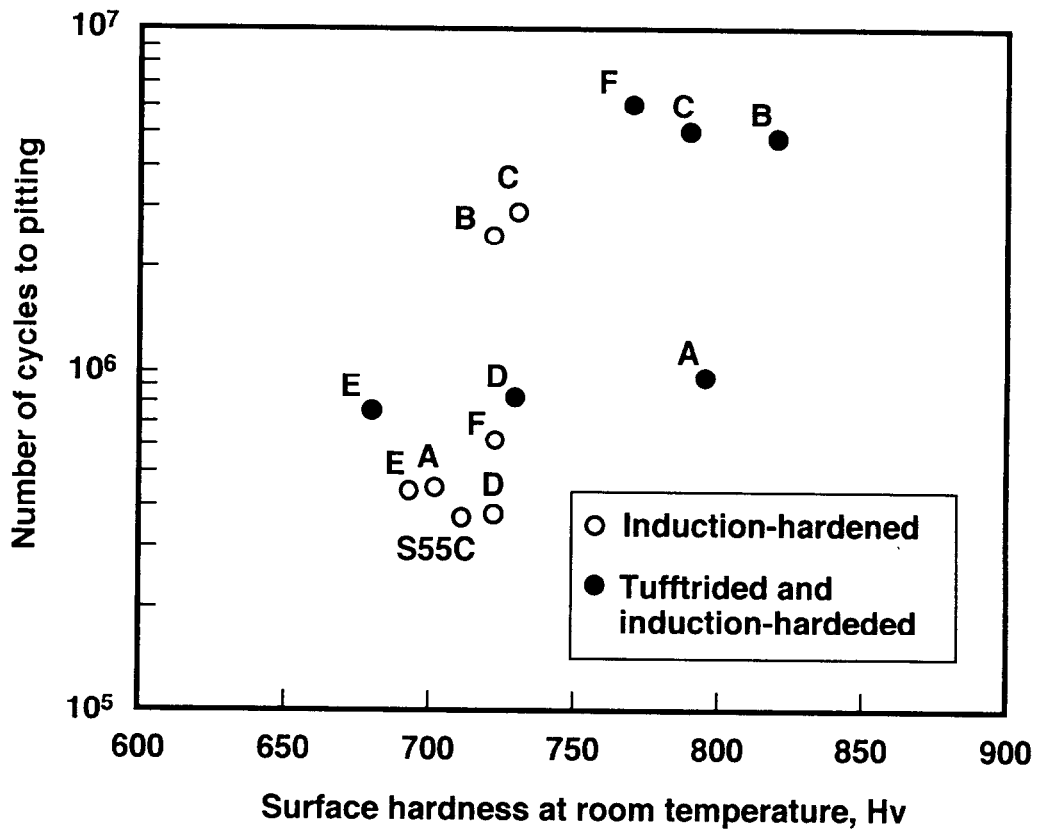


Fig. 7-9 Relationship between surface hardness at room temperature and average life for contact fatigue.

ステナイトの増加によると思われる。また、タフトライド後高周波焼入れで逆に硬さが低下したE鋼は、固溶窒素によって残留オーステナイトが極度に増加したためと思われる。明らかに寿命は、表面硬さとの相関は弱い。従来、接触疲れ強さは表面硬さと正の相関がある^{20,21)}と言われているが、本試験のような接触負荷の厳しい条件では、ピitting寿命は表面硬さだけでは説明できない。

また、Fig. 7-10(a),(b)は、接触部直下の光学顕微鏡写真の一例である。Fig. 7-10(a)に示すS55C鋼の高周波焼入れ単独材($N_f=2.81 \times 10^5$ cycles)は、表面から深さ40 μ m程度まで剪断応力によって生じた塑性流れが生じている。これは、接触表面での発熱によって表面硬さが低下したためと考えられる。しかし、高寿命であったF鋼のタフトライド後高周波焼入れ($N_f=1.13 \times 10^7$ cycles)では、Fig. 7-10(b)に示すようにそのような塑性流れは全く認められない。

そこで、各鋼について、高周波焼入れ単独処理後、高温硬さ計により、473K、573Kおよび673K各温度での表面硬さを調べた。鋼種間で最も大きな硬さの差異が認められた573Kでの硬さとそれらに対応する平均寿命との関係を示したのがFig. 7-11である。ピitting寿命は、常温硬さに比べ573Kでの表面硬さの方がより強い正の相関のあることが判明した。したがって、B、CおよびF鋼のピitting寿命が優れた原因として、炭素、SiおよびMo添加による高温強度の向上が考えられる。

以上のような表層部の発熱による軟化に着目し、タフトライド後高周波焼入れによってピitting寿命が最も大きく向上(約10倍)したF鋼について、試験前後の硬さの変化を高周波焼入れ単独の場合と比較した結果がFig. 7-12(a),(b)である。高周波焼入れ単独(Fig. 7-12(a))に比し、タフトライド後高周波焼入れ(Fig. 7-12(b))では、表面から深さ約0.2mmまで、試験後の軟化程度が小さい。また試験後の接触表面の残留オーステナイト量を調べた結果、高周波焼入れ単独およびタフトライド後高周波焼入れ材共に3%程度にまで減少していた。接触表面は、第五章で述べたように、573K程度にまで発熱していると考えられることから、残留オーステナイトの減少は、応力誘起マルテンサイトへの変態よりも、むしろ発熱による α -Fe + θ -Fe₃Cへの分解によると考えた方がよく、試験後の硬さに大きく影響しているとは考えにくい。

一方、Fig. 7-13は、タフトライド後高周波焼入れ材(F鋼)の表層部断面の炭素および

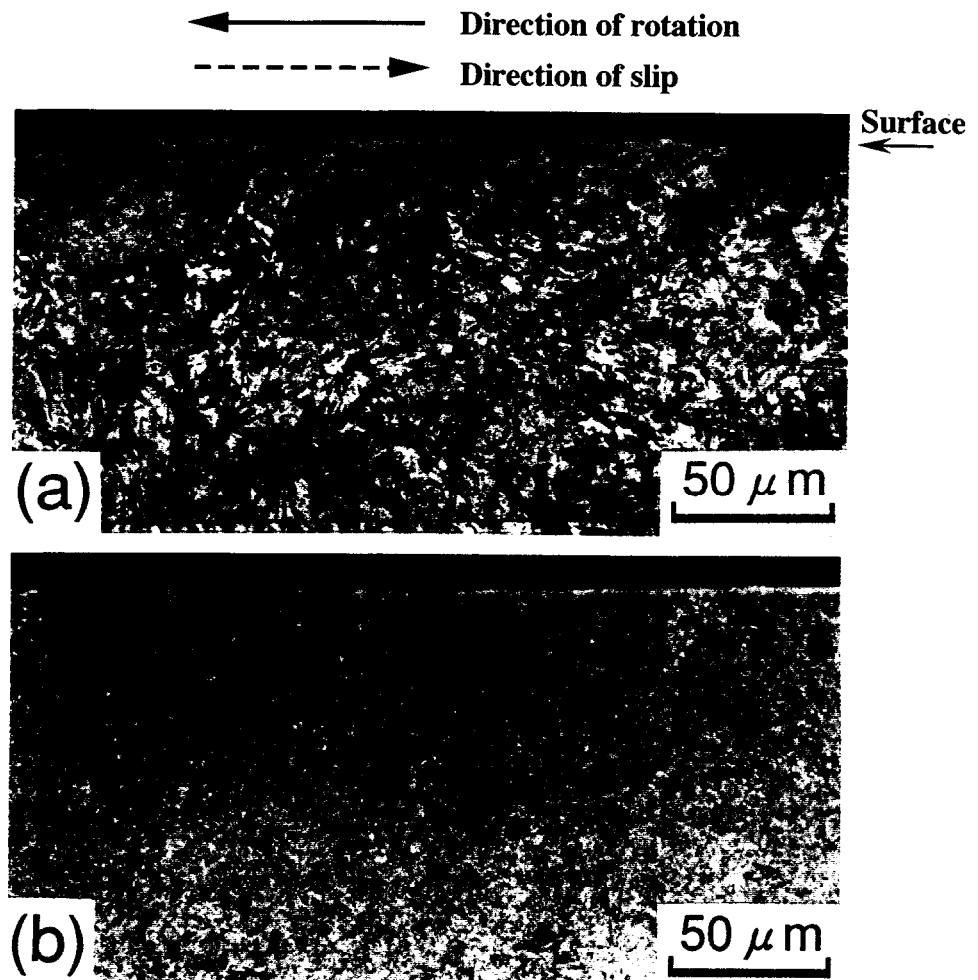


Fig. 7-10 Examples of optical micrographs for the cross-section of the surface layer showing (a) plastic flow near the surface of induction-hardened JIS S55C steel, and (b) no such flow in the tufftrided and induction-hardened steel F.

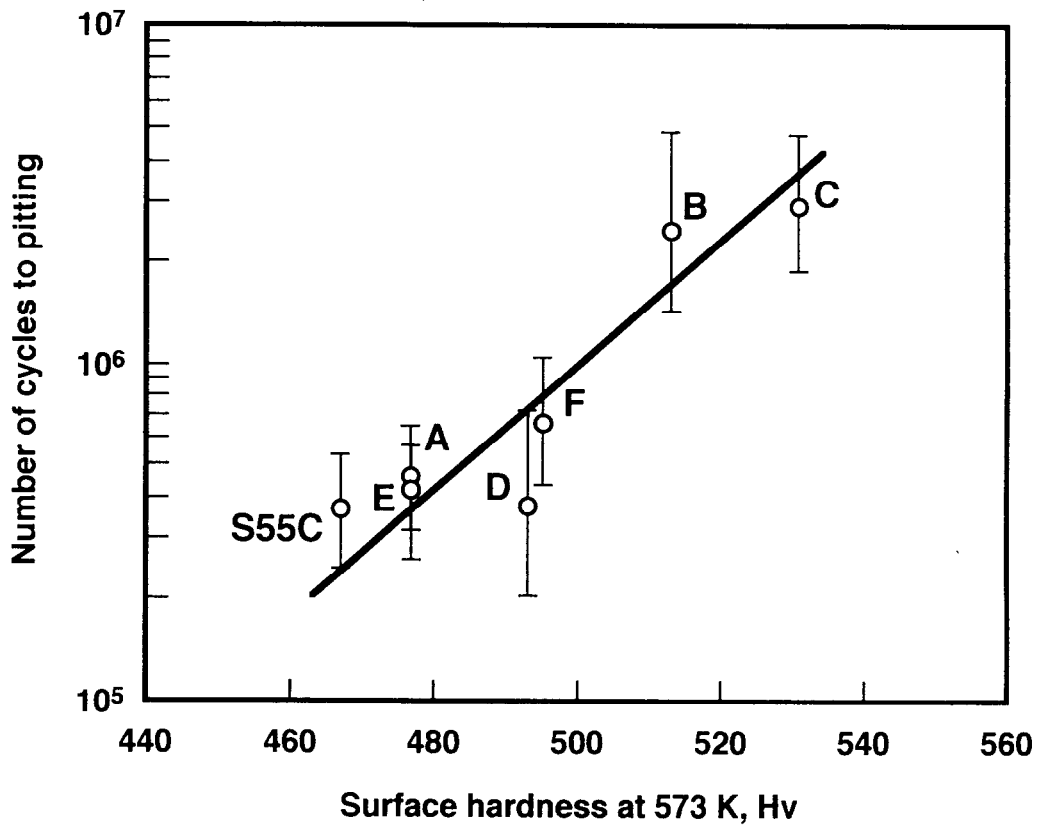
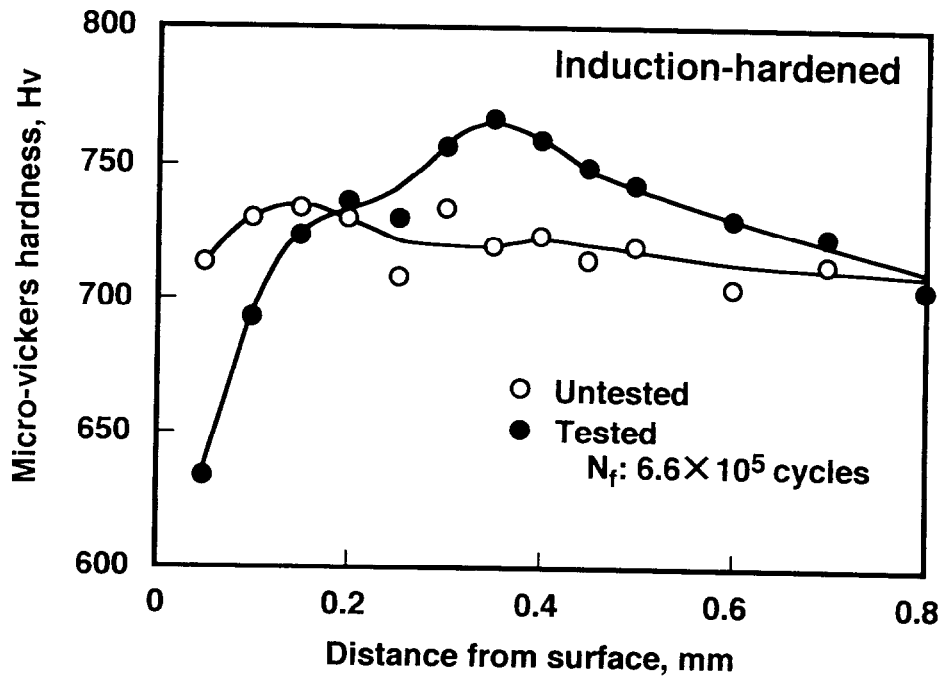


Fig. 7-11 Relationship between surface hardness at 573 K and average life for pitting of various steels induction-hardened.

(a)



(b)

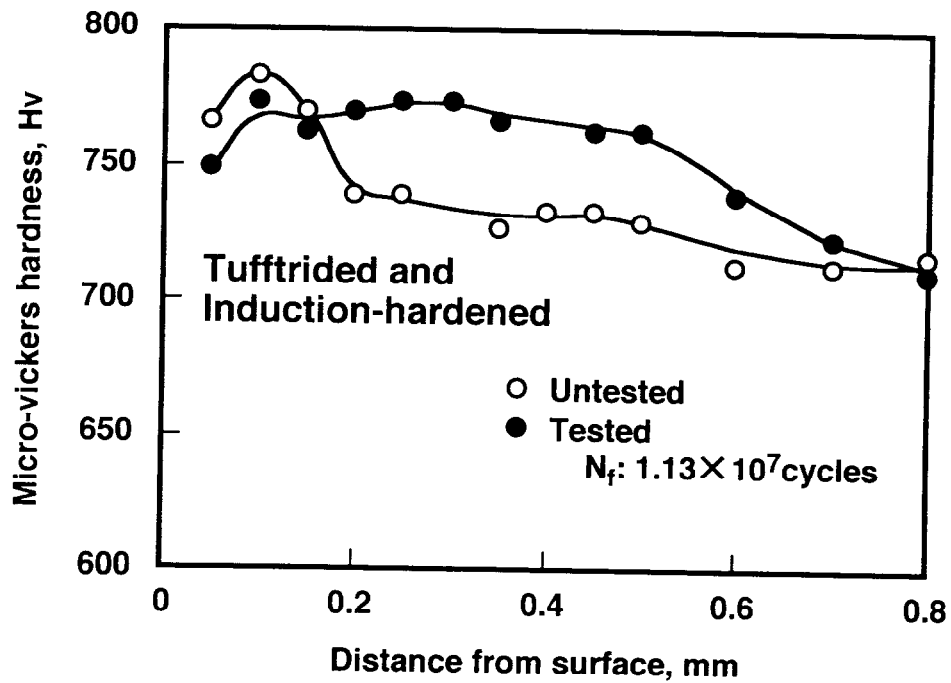


Fig. 7-12 Hardness profiles of steel F before and after roller-pitting test; (a) induction-hardened, (b) tufftrided and induction-hardened.

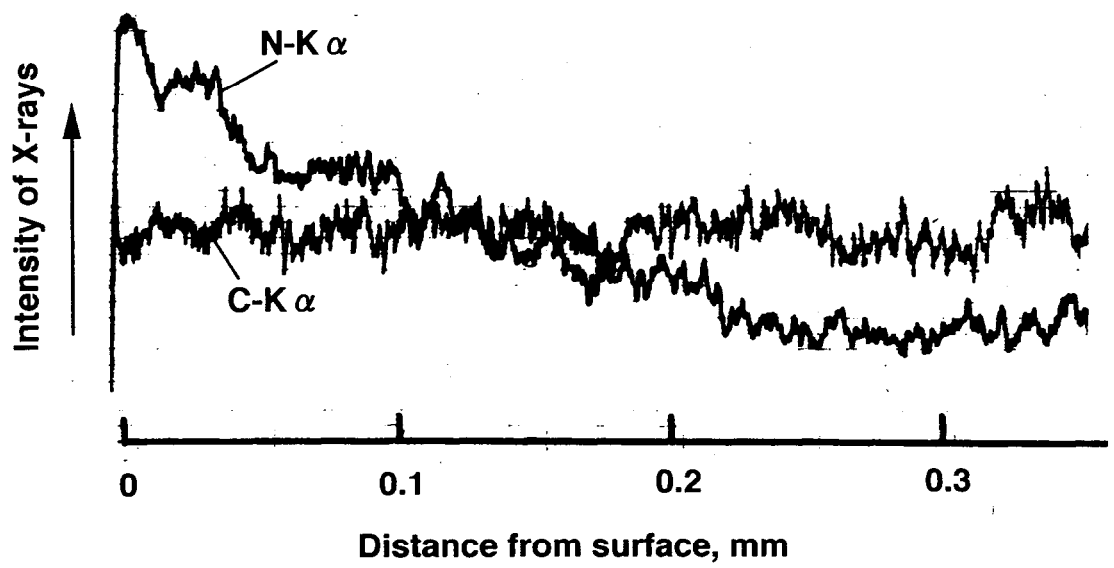


Fig. 7-13 Nitrogen and carbon concentration profiles as a function of distance from the surface in steel F after tufftrided and induction-hardened.

窒素濃度分布をEPMAにより測定した結果である。表層部の炭素分布にはほとんど変動が見られないこと、そして窒素については、タフトライドによって生成した窒化物層が、その後の高周波加熱過程で分解し、脱窒を伴っていると思われるが、少なくとも深さ0.25mm程度まで侵入していることが判明した。この窒素の侵入深さを増大させているのは、主にVによる効果が大いと思われる。以上より、タフトライド後高周波焼入材において、試験後表層部の軟化程度の小さかった原因は、主として固溶窒素による高温(少なくとも573K程度までの)軟化抵抗の向上にあると考えられる。

F鋼において、タフトライド後高周波焼入れによって最も寿命が向上したのは、Moは窒化物を形成しにくいいため、表層部の固溶窒素が最も多かったことが考えられる。尚、いずれの熱処理材においても内部の硬さが向上しているが、この傾向は他の試験片においても認められ、すでに述べたように、長時間の高面圧負荷による加工硬化と思われる。

3. 5 残留オーステナイトによる影響

残留オーステナイトのピitting寿命に及ぼす影響については、その量が約20%以上では有効である²³⁾、また残留オーステナイトの応力誘起マルテンサイトへの変態による硬さの向上や圧縮残留応力の向上によって寿命が向上すること^{22,24)}が報告されている。しかし、本研究においては、B,D,EおよびF鋼のタフトライド後高周波焼入材において20%以上の残留オーステナイトを認めたが、寿命との明瞭な関係は認められず、残留オーステナイトの寿命への影響は、前述した高温軟化抵抗による影響に比べると小さい。

4. 結 言

タフトライド後高周波焼入れしたCr-Mo-V鋼の接触疲れ特性およびその合金成分の影響を、ローラーピitting試験により調べた結果、以下のことが判明した。

(1)炭素, Si, Mn, NiおよびMoのいずれの添加鋼においても、タフトライド後高周波焼入れにより、高周波焼入れ単独よりも約2倍以上寿命が向上する。特に高Mo添加鋼

では約10倍にまで向上する。

- (2) ローラーピitting寿命は、常温よりも573Kでの硬さとの間でより強い正の相関が見られた。炭素, SiおよびMo添加により寿命が向上するが、これは573Kでの硬さの向上と関係している。
- (3) タフトライド後高周波焼入れによる寿命の向上は、深さ約0.25mmまで固溶した窒素によって、微細組織でありかつ高温軟化抵抗に優れた硬化層が形成し、その結果クラック伝播抵抗が向上したことが主たる原因と考えられる。
- (4) MnおよびNiは、表面の残留オーステナイト量を増加させるが、寿命にはほとんど影響しない。残留オーステナイトの寿命への影響は、高温軟化抵抗による影響に比べると小さい。

参考文献

- 1) 大和久重雄：熱処理, 18 (1978) 1, 15.
- 2) 鮎谷清司：熱処理, 24 (1984) 5, 246.
- 3) 伊藤経教, 工藤 績：鑄鍛造と熱処理, 3 (1993), 39.
- 4) S. A. Levy, K. E. Barnes and J. F. Libsch: Metal Progress, 94 (1968), 108.
- 5) 高瀬孝夫, 嵯峨敏郎, 池永 勝：熱処理, 17 (1977) 3, 163.
- 6) 高瀬孝夫, 中村康彦, 田中浩一, 池永 勝：熱処理, 16 (1976) 4, 208.
- 7) 池永 勝, 嵯峨敏郎, 亀井 清, 高瀬孝夫：熱処理, 19 (1979) 1, 8.
- 8) 岡本康治, 苧野兵衛, 西山幸夫：熱処理, 21 (1981) 4, 170.
- 9) 横山浩二, 長友敏治：宮城県工業試験場研究報告, 28 (1983), 125.
- 10) 横山浩二, 長友敏治, 吉田英昭, 鳥越 清：宮城県工業試験場研究報告, 29 (1984), 139.
- 11) C. Bronson, G. C. Carter: Industrial Heating, 53 (1986) 9, 16.
- 12) 薬師寺正雄, 近藤喜之, 石井孝也, 辻井弘和, 池永 勝：表面技術, 41 (1990) 1, 29.
- 13) 村井暢宏, 鎌田芳彦, 宇野光男, 高山 透, 織田和幸, 無田上章, 正木 隆, 有見幸夫：鉄と鋼, 82 (1996) 8, 695.
- 14) 大谷泰夫, 中里福和, 村山順一郎, 神原 進：鉄と鋼, (1982), S1274.
- 15) 三輪能久, 柴田伸也, 花川勝則, 生野祐治, 三原孝司, 迫 誠夫：マツダ技報, 8 (1990), 130.
- 16) S. R. Chen, D. Tang: Proc. Int. Conf. on Martensitic Transformation (ICOMAT'86), 488.
- 17) T. Bell, W. S. Owen: J. Iron Steel Inst., 206 (1967), 428.
- 18) 鈴木信一, 内藤賢一郎：鉄と鋼, 81 (1995) 6, 655.
- 19) 栄 中：日本機械学会誌, 98 (1995) 917, 77.

- 20) 技術資料 歯車強さ設計資料, 日本機械学会編, 137.
- 21) 内藤武志: 浸炭焼入れの実際, 日刊工業新聞社刊 (1979), 232.
- 22) L. Kiessling : Heat Treatment of Metals, 7 (1980) 4, 97.
- 23) 松島義武, 幸岡 強, 中村守文: 材料とプロセス, 5 (1992), 1965.
- 24) Zhu Dong, Wang Fu-Xing, Cai Qi-Gong, Zheng Ming-Xin and Cheng Yin-Quian: Proc. Int. Conf. on Wear of Materials, April 14-18 (1985), 223.

第八章 量産歯車への適用

1. 緒言

浸炭窒化焼入れ法は、従来から知られ歴史のある表面硬化法である。しかし、従来までの浸炭窒化処理は、浸炭による炭素の効果に主眼を置いた、浸炭焼入れの改良処理としての側面が強かった。そして、浸炭窒化処理が浸炭焼入れほどには普及していない理由も、第一章序論において述べた。

本研究において明らかにしてきた窒素の効果を活かし、浸炭高濃度窒化とでも言える、観点の異なる新しい浸炭窒化焼入れを、小型乗用自動車用の自動変速機歯車に適用し量産化することが可能であると考えられる。

本章では、この適用に際し、浸炭高濃度窒化処理が量産化に対応できるようにするために、次の問題、① 操業管理、② 品質管理、ならびに、附随して懸念される③ 鋼中への侵入水素の問題について検討した。

2. 操業管理について

Fig. 8-1 は、奥宮¹⁾のデータに基づいてプロットした、純鉄箔中の窒素量と炉内残留 NH_3 ガス濃度の関係である。いずれの処理温度においても、明らかに、残留 NH_3 濃度の増加と共にほぼ直線的に窒素量が増加していることが分かる。

処理温度ならびにキャリアガス(RXガス)流量が異なる場合の炉内 NH_3 添加量と炉内残留 NH_3 濃度との関係をFig. 8-2²⁾に示す。残留 NH_3 濃度は、 NH_3 添加量の増加により明らかに増加するが、炉内温度が低いほど、また同じ NH_3 添加量においてもRXガス流量の多いほど増加することが分かる。実際の量産用連続ガス浸炭炉において、炉内温度1113 K、RXガスおよびエンリッチガス流量を一定にした場合、炉内 NH_3 添加量と炉内残留 NH_3 濃度との関係をFig. 8-3に示す。炉内 NH_3 添加量と炉内 NH_3 添加量濃度とは強い相関が認められる。従って、操業時には、炉内温度、RXガスおよびエンリッ

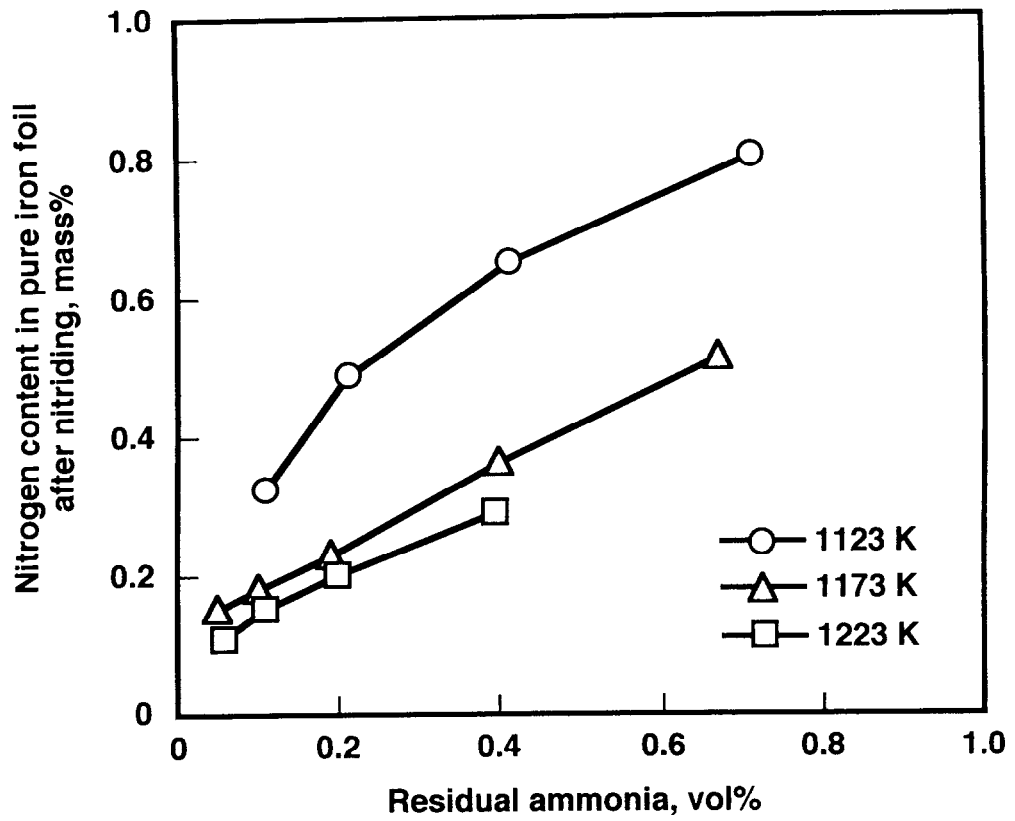


Fig. 8-1 Relationship between nitrogen content in pure iron foil after nitriding and residual ammonia content in the furnace.

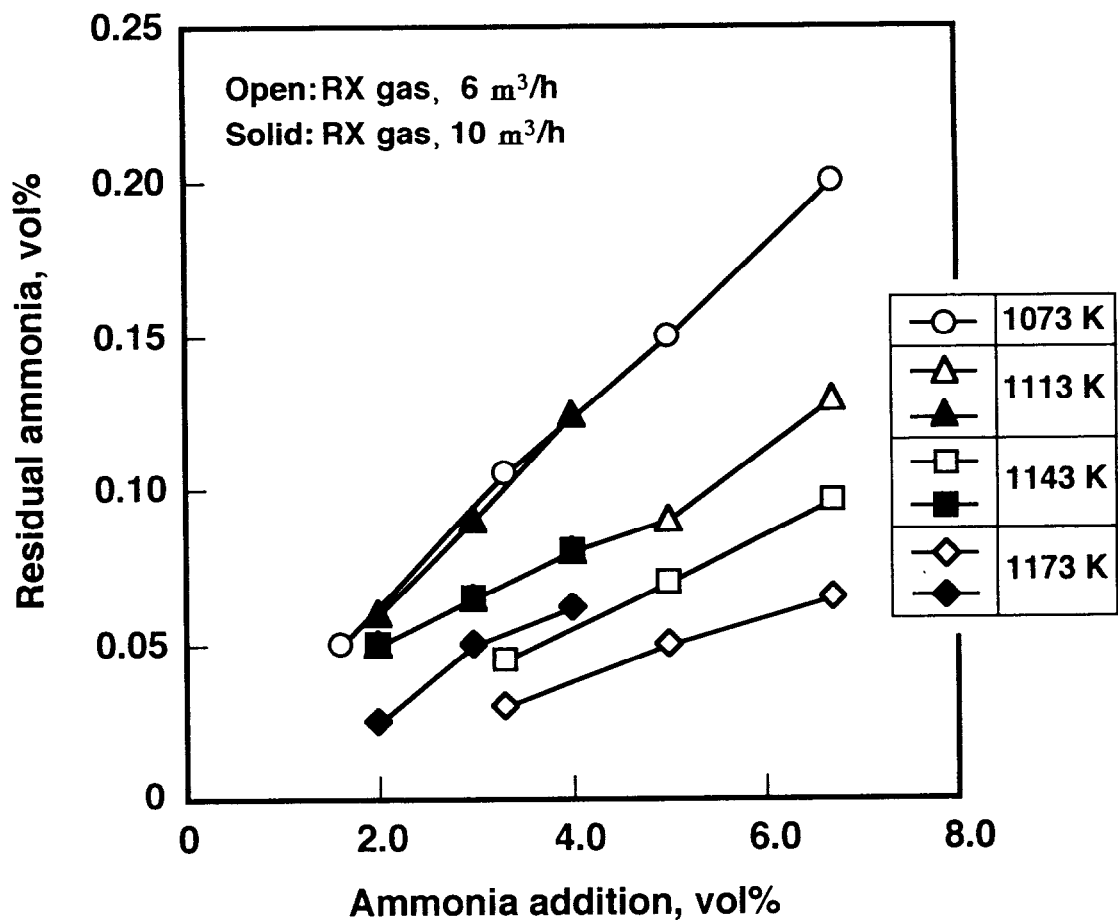


Fig. 8-2 Relationship between ammonia addition and residual ammonia content for two different RX gas flow rate at various temperatures.

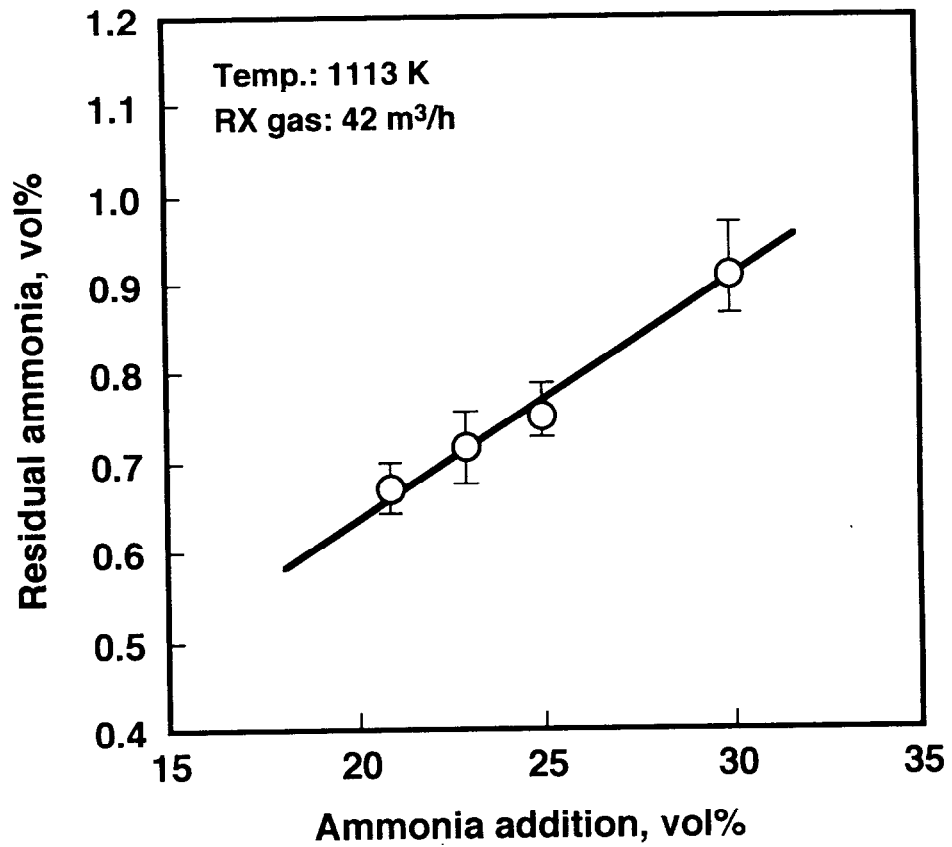


Fig. 8-3 Relationship between ammonia addition and residual ammonia content at 1113 K under a constant flow rate ratio between RX gas and enrich gas.

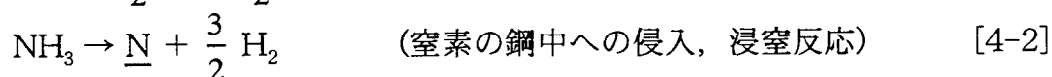
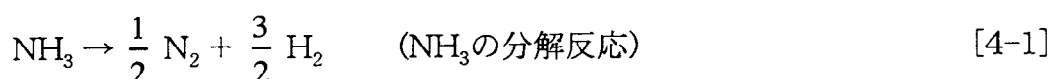
チガスが管理されていれば、炉内NH₃添加量の管理で十分であることが分かる。しかし、NH₃添加量は炉内への流入量を保証するものでなため、残留NH₃濃度のモニターを併用すればより確実な管理となる。

3. 品質管理について

浸炭窒化焼入れした歯車における侵入窒素量を定量するのが最も直接的である。しかし、X線マイクロアナライザー(EPMA)では分析用試料調整に手間がかかる上、定量値の精度が必ずしも高くない。実際の操業ラインにおいては、迅速に行なえる測定でなければ、品質不具合の検出とその対応に遅れをとることになる。本研究において明らかとなった接触疲れの代用特性である573 Kでの焼戻後の表面硬さの測定は、その点で有効である。Fig. 8-4 (a),(b)は、JIS SCr420H鋼のφ26mm丸棒試験片を用い、浸炭および浸炭窒化焼入れのままおよびその後ショットピーニング処理した試験片の573 Kの焼戻後の硬さに及ぼす焼戻時間の影響を示している。いずれの試験片も10.8 ks以上では硬さの変化は小さくなる。侵入窒素量の差を捕らえるには573 K - 10.8 ksの焼戻硬さと焼入れままの硬さを共に測定することが重要であることが分かる。

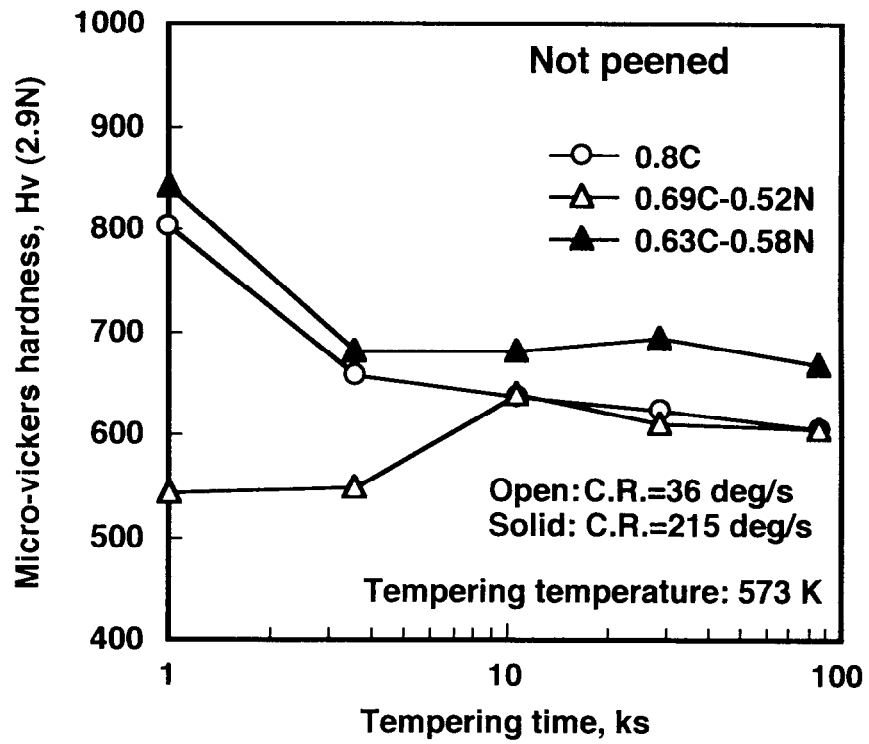
4. 浸炭窒化処理後の鋼中侵入水素について

浸炭窒化処理は、炉内において浸炭にはない次の反応が生じる。



[4-1], [4-2]の反応式から明らかなように、浸炭のみの処理に比較し、水素の発生量

(a)



(b)

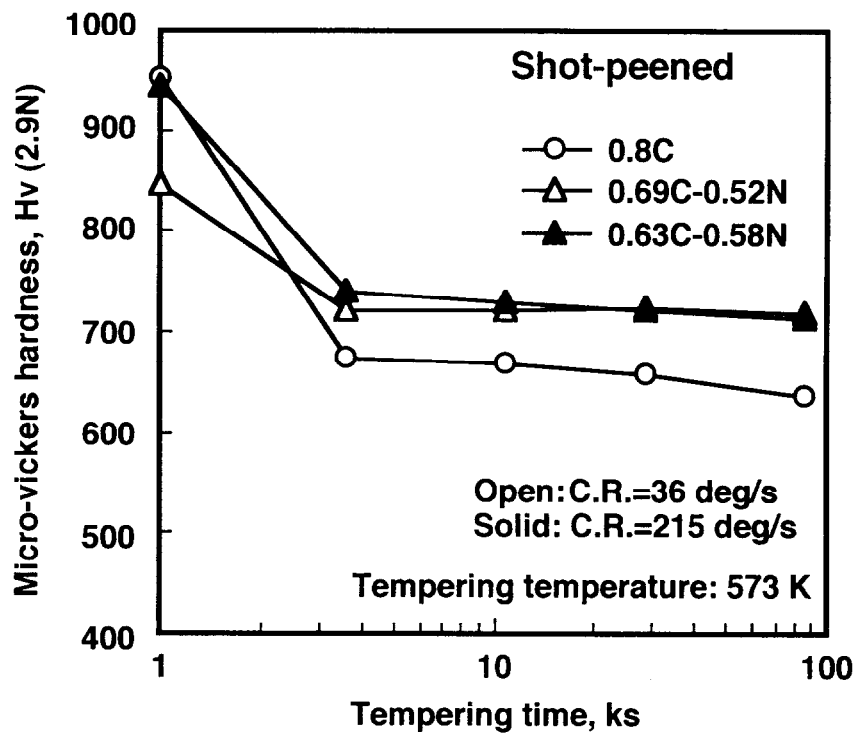


Fig.8-4 Changes in surface hardness during tempering at 573 K (JIS SCr420H steel);
(a) not peened, (b) shot-peened after quenching.

が多くなる。そのため、鋼中への水素の侵入による水素脆性破壊（遅れ破壊）が発生する危険性が高まることが懸念される。そこで、以下の方法で水素量を測定し、浸炭のみの処理との比較を行った。

1%Cr-0.4%Mo鋼のφ35×20mm丸棒試験片を用い、浸炭および浸炭窒化焼入れを行い、室温にまで放冷させた(約3.6 ks)後、193 Kの冷凍庫に測定直前まで保管させた。測定は、真空中(測定開始初期: 2×10^{-6} torr 以下)にて加熱を行い抽出されたガス成分を質量分析計で同定し、定量する方法³⁾をとった。測定温度範囲は、室温から1073 Kとし、測定間隔を5℃、昇温速度を100℃/hrとした。焼入れままの試料の水素放出曲線をFig. 8-5 に示す。浸炭のみおよび浸炭窒化いずれの試料も、水素の放出量は、加熱温度の上昇と共に増加し、373 K 以上から急激に増加し、二つのピークが観察される。放出水素総量は、浸炭試料: 2.030 ppm, 浸炭窒化試料: 2.126 ppmとほとんど差異は認められなかった。いずれの試料も523 Kで第一のピークとなりここで最大量となるが、浸炭窒化の方が低い。また、第二のピークは、浸炭のみは約623 K で認められるが、浸炭窒化では、低温側にシフトし約603 K に見られる。第二ピークの放出量は、浸炭窒化の方が多いたことが分かる。二つのピークを示したのは、低温側で主にマルテンサイト中の水素の放出を示す曲線と、高温側で主に残留オーステナイトからの放出を示す曲線とが重なりあったため^{3,4)}と考えられる。従って、浸炭窒化した試料は、浸炭のみの試料に比し残留オーステナイトが多いため、マルテンサイトからの放出の第一ピークが低く、残留オーステナイトからの放出を示す第二のピーク高さが高くなったものと思われる。約523 K までに放出した水素は、室温においても拡散しうる水素であり、拡散性水素と呼ばれている。この拡散性水素は、室温では半日ほどで大半が放出されることが知られており、問題を起こすことは少ない。残留オーステナイト中の水素は比較的拡散しにくい水素であり、その意味で、浸炭窒化試料の遅れ破壊が懸念される。しかし、水素の絶対量が少ないことに加え、通常の443 K~473 Kの焼戻しを行えば、遅れ破壊への影響はほとんど生じないと思われる。

これらの試料は、グリセリン置換法(JIS Z3118による)による測定も行ったが、ほぼ同じ傾向が確認された。

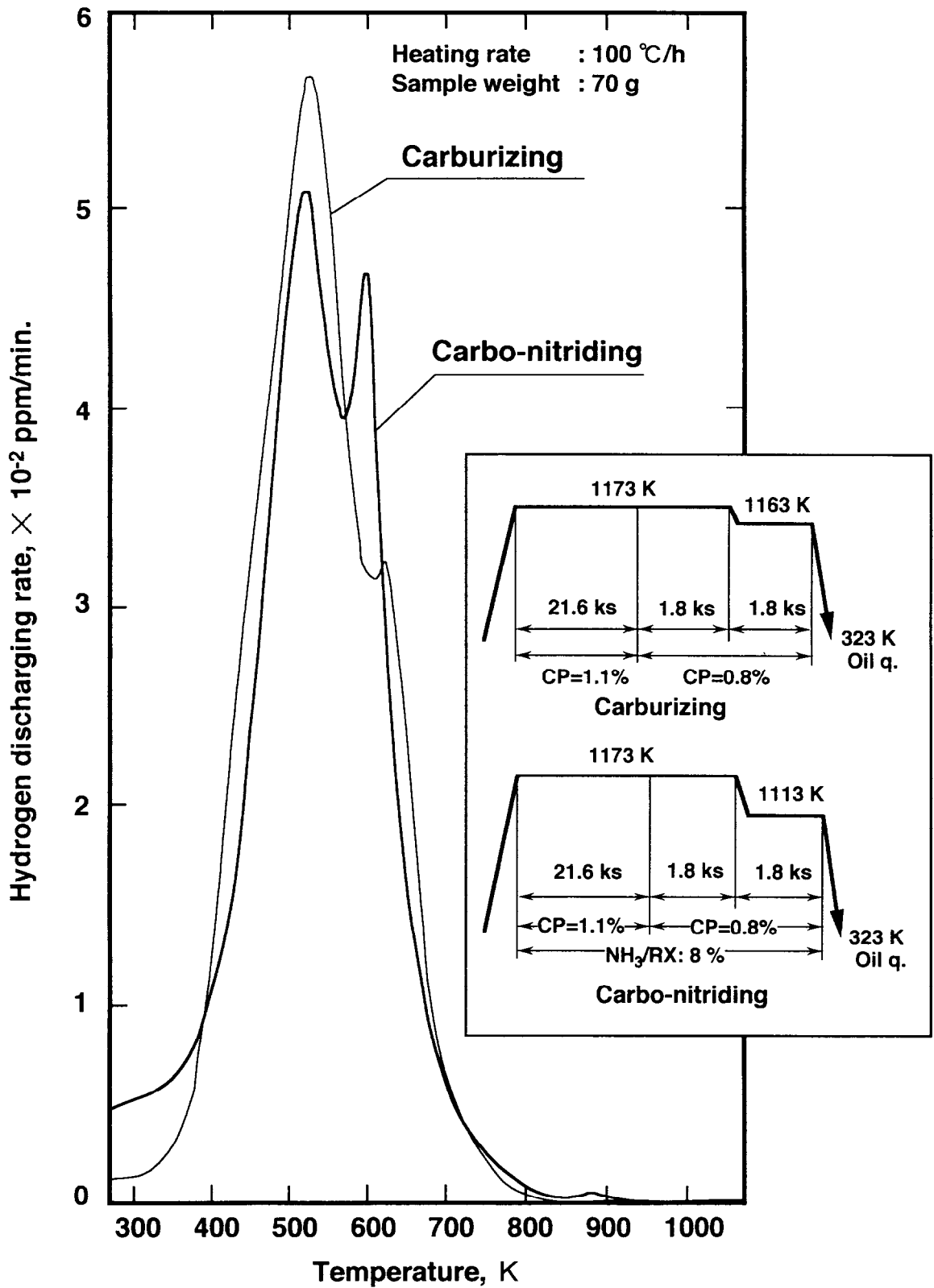


Fig. 8-5 Hydrogen discharging rate curve of 1%Cr-0.4%Mo steel carburized and carbo-nitrided according to the schedule shown in the insets.

5. 結 言

量産歯車への適用を目的に、操業管理、品質管理および侵入水素について検討した結果、以下のことが分かった。

- (1) 操業管理は、炉内温度、RXガスおよびエンリッチガスが管理されていれば、炉内NH₃添加量の管理で十分であることが分かる。しかし、NH₃添加量は炉内への流入量を保証するものでなため、残留NH₃濃度のモニターを併用すればより確実な管理となる。
- (2) 歯車について、573 K - 10.8 ks の焼戻後の表面硬さと焼入れままの硬さを共に測定することが重要である。
- (3) 浸炭窒化後は、浸炭のみに比し侵入水素の総量には、大差は見られないが、表層部に残留オーステナイトが多いため、水素が放出されにくい。しかし、水素の絶対量が少ないことに加え、通常の443 K~473 Kの焼戻しを行えば、遅れ破壊への影響はほとんど生じないと思われる。

参考文献

- 1) 奥宮正洋：博士論文，豊田工業大学 (1992).
- 2) 鈴木信一：パーカー-S. N工業株式会社，社内資料(未発表).
- 3) N. Suzuki, T. Miyagawa, S. Gotoh and T. Takahashi: Wire journal International, November (1986), 37.
- 4) T. Otsubo, S. Goth and H. Sato: Proc. JIMIS-2, Hydrogen in Metals, Japan (1979), 241.

第九章 総括

1. 本研究のまとめ

従来の表面硬化熱処理では、表面硬さの向上ならびに圧縮残留応力の付与が最大目的であり、高炭素マルテンサイト形成が最も有効であるとの考え方から、ガス浸炭に関する研究が膨大に行われ、工業的にも最も普及している。その延長で考えれば、ガス浸炭窒化は、単に焼入性を改善し、より安定した表面硬さが得られるガス浸炭の改良処理との見方しかできない。また、窒素はオーステナイトを安定化させるため、必然的に残留オーステナイトの増加を招き、疲れ強さには好ましくないとも考えられてきた。これらのことが、窒素の含有による鋼の強化に関する研究報告があるにも関わらず、表面硬化処理鋼の分野においては、侵入窒素量を増量した浸炭窒化組織ならびにその機械的性質に関する研究が遅れた最大の理由と思われる。

これまで、表面硬化処理鋼では、疲れ強さにおいて温度の影響に関する関心は薄かった。しかし接触疲れには、応力負荷だけでなく温度上昇を伴う。そして、近年の動力伝達部品では、その温度が無視しえない程度(～573 K)にまで上昇している。従来の浸炭では、表面層は、高炭素であるがゆえに発熱による安定なセメンタイト(θ -Fe₃C)の粗大化を招き、このニーズに十分対応できない。本研究における浸炭窒化は、温度上昇を逆に利用したすなわち侵入窒素による時効硬化現象を利用した新しい観点の表面硬化熱処理と言える。従って、高濃度の窒素を過飽和に固溶させた硬化組織を表層部に形成させることが重要となり、高濃度の窒素を侵入させる浸炭窒化焼入れ以外にも、窒化後に焼入れを行えばこの目的は達成できるはずである。

本研究では、以上のことを背景にして、実用材であるCr含有鋼を用いたガス浸炭窒化焼入材を中心に、接触疲れ強さに及ぼす窒素量の影響を検討した。得られた結論は、以下の通りである。

第二章では、Cr-MoおよびCr-V鋼を用い、種々の表面処理を行ったモジュール3.87のはずば歯車を用いた動力循環式歯車試験を行い、歯面のピitting寿命に及ぼす主な要因を検討した。その結果、接触面負荷の厳しい条件下では、表面硬さ、圧

縮残留応力のいずれもピitting寿命を支配するほどの要因ではなく、接触面での573 Kでの耐熱性、すなわち焼戻軟化抵抗が重要な要因となる可能性があることが分かり、接触疲れに関する本研究の指針を得た。

第三章では、浸炭窒化焼入れした鋼の焼戻軟化抵抗に及ぼす炭素量の影響を検討した。焼戻軟化抵抗は、セメンタイトの凝集粗大化による軟化を遅延させるCr添加によって向上することはよく知られている。しかし、浸炭窒化による向上効果が、母材へのCr添加以上に優れたものであれば、鋼材のコストや切削加工性にとっては好ましくないCrを増量させることなく、必要とされる表層部のみ強化が図れる浸炭窒化は、工業上きわめて有益と言える。このような観点に立ち、Cr量の異なる鋼を用い、焼戻軟化抵抗に対する、浸炭窒化による効果および浸炭窒化とCr添加の複合効果について、浸炭との比較により検討を行った。その結果、以下のことが分かった。

- (1)浸炭窒化層は、浸炭層よりも焼戻軟化抵抗が高く、823 Kにおいても、優れた焼戻軟化抵抗を示す。この浸炭窒化の効果は、Cr量が約2.5%以下の鋼において顕著である。
- (2)浸炭窒化層の焼戻軟化抵抗が優れるのは、固溶窒素が、573 K以上の温度での焼戻し過程で、主として γ' -Fe₄Nとして析出するためである。
- (3)1%Cr鋼 (JIS SCr415鋼)の浸炭窒化層での固溶窒素量は、約0.18%と推定される。この浸炭窒化層に相当する焼戻軟化抵抗を得るには、浸炭のみでは母材のCr量が2.5%~3%必要である。
- (4)約3%Cr含有鋼に浸炭窒化を行っても焼戻軟化抵抗はそれ以上は向上しない。すなわち、焼戻軟化抵抗に対しては、Cr添加と浸炭窒化との複合効果は見られない。

第四章では、浸炭肌焼鋼として最も一般的に使われている1%Crを含有したJIS SCr420H鋼、1mass%Cr-0.40mass%Mo鋼およびJIS S20C鋼を用い、浸炭窒化における侵入窒素量、ならびに焼入時の冷却速度を変化させた試料を作成した。それらの焼入組織および焼戻軟化特性に及ぼす窒素量の影響について検討した。その結果、以下のことが分かった。

- (1) JIS SCr420H鋼において、侵入窒素量が増加すると、残留オーステナイト量が増加し、表面硬さが低下する。特に、侵入窒素量が0.5%以上において、同時に冷却速度が遅いと、500Hv以下にまで低下する場合がある。この原因は、残留オーステナイ

ト量の増加によるものでなく、CrNの多量析出によって周辺の焼入性が低下し、ベイナイト状組織を主体とした不完全焼入組織が出現しやすくなったことによる。

(2) これを回避するには、焼入れの冷却速度を向上すること、および窒化物を形成しにくく、焼入性を改善するMoの添加が有効である。

(3) 焼入れが十分に行われた場合の焼戻軟化抵抗は、侵入窒素量の増加と共に向上する。これは、侵入窒素量の増加によって固溶窒素量も直線的に増加し、焼戻過程で γ' -Fe₄Nの析出量が増加するためである。1mass%Cr-0.4mass%Mo鋼では、侵入窒素量が0.67%を超えると二次硬化を示す。

第五章では、JIS SCr420H鋼を用い、浸炭窒化焼入れ後の焼戻軟化抵抗および耐ピitting性へのショットピーニングの影響、さらにそれぞれの関連性について検討した。耐ピitting性の評価には、二円筒式ローラーピitting試験機を用い、駆動中の歯面を想定して、接触面圧 (Hertz応力)3.68GPa、回転数1050rpmそして-40%の一定すべりを付与した条件で行った。また第二章で行った同一の歯車試験での確認実験も行った。その結果、次のことが分かった。

(1) 浸炭窒化層は、浸炭のみに比し573Kでの焼戻軟化量で比較すると、最大約150Hvも高い軟化抵抗を示す。これは、過飽和に固溶した窒素が焼戻しにより γ' -Fe₄Nとして析出するためである。ところが、焼入れ後ショットピーニングを行うことにより、焼戻軟化抵抗は、浸炭のみに比しさらに高くなる。これはショットピーニングにより導入された転位の回復が、 γ' -Fe₄Nの析出および固溶窒素により遅延することが原因として考えられる。

(2) このようなショットピーニングのピitting寿命への影響は、浸炭のみでは約2倍までの寿命向上であるのに対し、浸炭窒化では最高約25倍も向上する。これは、次のように説明できる。浸炭ではショットピーニングにより表面硬さが向上しても、試験中接触面での昇温により、導入した転位が比較的容易に回復する。しかし浸炭窒化では、表面硬さが向上することに加え、試験中① γ' -Fe₄Nの析出強化、②導入された転位の回復が、 γ' -Fe₄Nの析出および固溶窒素によって遅延する、これらの効果によると考えられる。

(3) ピitting寿命は、573Kでの焼戻後の表面硬さと正の相関がある。この573K

の焼戻し硬さは、ピitting寿命の代用特性として有効である。

第六章では、第五章に引き続き、浸炭窒化焼入れしたJIS SCr420H鋼について、ローラーピitting試験機を用いた接触疲れ強さおよび摩擦摩耗特性に及ぼす窒素量の影響について検討を行った。摩擦摩耗試験は、ピンオンディスク型試験機を用いたアブレッシブ摩耗試験とし、338 Kに保持した潤滑油に浸漬した状態で、接触圧力150MPa、摺動速度0.28m/sにて摺動させ、摺動距離が24kmに達した時点での最大摩耗深さを測定した。第四章で述べた焼入組織ならびに焼戻軟化特性との関連についての考察も行った。その結果、以下のことが分かった。

(1) 浸炭窒化処理材は、侵入窒素量が約0.4%までは窒素量の増加と共にピitting寿命が向上する。侵入窒素量が約0.4%の時、浸炭のみ材に比較し10倍以上寿命の向上が認められた。侵入窒素量がさらに増加すると、特に0.55%N以上ではCrNの析出に起因する不完全焼入相が出現しやすくなり、寿命は低下し始める。

(2) ピitting寿命の向上は、接触面での発熱による γ' -Fe₄Nの析出による析出強化が主たる原因であり、残留オーステナイトによる影響は小さい。また、ピitting寿命は、やはり接触面での573 Kの焼戻し硬さと正の相関が認められる。

(3) 摩擦摩耗特性は、侵入窒素量の増加と共に向上する。この窒素の効果は、浸炭のみにおける、炭素量の0.75%から1.1%への増加による効果よりも優れる。この原因は、固溶窒素による効果に加え、浸炭窒化処理ならびに焼入時に析出したと思われる硬質のCrN粒子の存在による。

第七章では、短時間処理が可能な高周波焼入れ処理の利点を活かし、窒素を含有した焼入組織を短時間で形成させる目的で、軟窒化後さらに高周波焼入れを行う複合熱処理による高強度化の可能性を検討した。中炭素鋼であるJIS S55C鋼(C=0.52~0.58%)、およびS55C鋼にCr, Moそして軟窒化性を向上させるVを0.3mass%添加したCr-Mo-V鋼を用い、塩浴軟窒化(商品名：タフトライド)処理後高周波焼入れした場合の接触疲れ特性、およびそれに及ぼす合金成分の影響について、高周波焼入れ単独処理との比較により検討した。その結果、以下のことが分かった。

(1)炭素, Si, Mn, NiおよびMoのいずれの添加鋼においても、タフトライド後高周波焼入れにより、高周波焼入れ単独よりも約2倍以上寿命が向上する。特に高Mo添加鋼で

は約10倍にまで向上する。

(2)ローラーピッチング寿命は、常温よりも573Kでの硬さとの間でより強い正の相関が見られた。炭素、SiおよびMo添加により寿命が向上するが、これは573Kでの硬さの向上と関係している。

(3)タフトライド後高周波焼入れによる寿命の向上は、深さ約0.25mmまで、固溶した窒素によって、微細組織でありかつ高温軟化抵抗に優れた硬化層が形成し、その結果クラック伝播抵抗が向上したことが主たる原因と考えられる。

(4)MnおよびNiは、表面の残留オーステナイト量を増加させるが、寿命にはほとんど影響しない。残留オーステナイトの寿命への影響は、高温軟化抵抗による影響に比べると小さい。

第八章では、従来の浸炭窒化に比し、高濃度の窒素をも侵入させる新しい浸炭窒化焼入れを、小型乗用自動車用の自動変速機歯車に適用し、量産化することを目的に、①操業管理について、②品質管理について、そして③鋼中侵入窒素について、検討した。その結果、以下のことが分かった。

(1)操業管理は、炉内温度、RXガスおよびエンリッチガスが管理されていれば、炉内NH₃添加量の管理で十分である。しかし、NH₃添加量は炉内への流入量を保証するものでないため、残留NH₃濃度のモニターを併用すればより確実な管理となる。

(2)歯車について、573 K - 10.8 ks の焼戻後の表面硬さと焼入れままの硬さを共に測定することが重要である。

(3)浸炭窒化後は、浸炭のみに比し侵入水素の総量には、大差は見られないが、表層部に残留オーステナイトが多いため、水素が放出されにくい。しかし、水素の絶対量が少ないことに加え、通常の443 K ~ 473 Kの焼戻しを行えば、遅れ破壊への影響はほとんど生じないと推察される。

2. 今後の課題

本研究では、すべりを伴った接触疲れを中心に扱ったが、実際の自動車用動力伝達

部材は、種々の強度を要求される。近年、すべりを殆ど伴わない接触疲れ強さが要求される新機構の無段変速機も開発されつつある。また、部品点数の削減から種々の形状の部材が一体化した部品も増えつつあり、回転曲げや振り強さなども接触疲れと同時に要求される場合がある。従って、回転曲げ疲れおよび振り強さなどの疲れ強さに及ぼす窒素量の影響を明らかにすることは、今後、高濃度の窒素を侵入させた浸炭窒化の発展拡大には重要となる。その際、残留オーステナイトによる影響は無視できず、固溶窒素による強化と残留オーステナイトによる疲れ強さへの影響をどのように分離、解析するかが最大の課題となろう。残留オーステナイト中に高濃度の窒素が固溶しているため、オーステナイトの安定化と強化によって、疲れ強さには有効に作用することも十分に考えられる。そして、残留オーステナイトについて、その量だけでなく、形態や分散状況をも制御する技術が求められるようになることも想像に難くない。また、実部品を想定し、高濃度の窒素を侵入させた場合の応力集中効果への影響も検討する必要がある。

一方、ガス浸炭窒化における高濃度の窒素は、ポイドや黒鉛などの特異組織を出現させることが知られ、純鉄や低炭素鋼においては、それらの発生限界窒素濃度が明らかにされている。しかし、一般的な構造用鋼として知られるCr含有鋼については、不明な点も多い。本研究では、侵入窒素量が最大0.86mass%においても、特異組織は認められていない。特異組織の発生限界窒素量に及ぼす合金成分の影響を明らかにすることは、今後の合金鋼への適用拡大においては重要な課題の一つと考えられる。

謝 辞

本論文を終わるに鑑み、本研究に終始懇切な御教示、御指導頂いた東京工業大学三島良直教授ならびに木村好里博士に心から厚く御礼申し上げます。そして、有益な御助言をいただくと共に、本論文を審査して頂きました、佐藤彰一教授、若島健司教授、加藤雅治教授、熊井真次助教授に心より感謝致します。

また、研究遂行の過程で、適切な御助言および御指導と共に、終始暖かい御激励を賜りました、豊田工業大学 新見 格名誉教授、同大学 奥宮正洋助教授、日本パーカライジング工業株式会社 鮎谷清司博士、元パーカー-S. N工業株式会社部長、鈴木信一博士、住友金属工業株式会社 小倉真義部長に深く御礼申し上げます。

そして、本研究遂行時に、御協力頂いたパーカー熱処理工業株式会社 深井信哉工場長、株式会社神戸製鋼所 松島義武室長、元電気興業株式会社 松本 勲部長、株式会社日鉄テクノロジー 宮本勝良主管に御礼申し上げます。

本研究は、東京工業大学大学院の社会人学生として、日産自動車株式会社に勤務しながら行ったものであり、本研究ならびに発表を許可して頂いた日産自動車株式会社、種々御配慮頂いた技術開発センター 田村英昭部長、加藤義信技術主管、丸国 等主管、梅垣俊造技術主担、シニアリサーチャー神戸洋史博士、上野完治主担、材料研究所 シニアリサーチャー柴田公博博士に厚く御礼申し上げると共に、歯車およびその試験関連を中心に終始御指導頂いた技術開発センター シニアリサーチャー鈴木義友博士に深く御礼申し上げます。本研究にあたり、試験片作成ならびに諸実験について種々御援助、御協力を頂いた、技術開発センター 成田直樹君、同開発工場 山田吉孝工長、福島和行氏、佐々木英二氏、材料研究所 尾谷敬造主任研究員、材料技術部 吉田 誠総括およびその他諸氏に感謝の意を表します。

そして、東京工業大学三島研究室での熱心な討議への参加および本論文のまとめに御協力頂いた、三島研究室 韋富高(Fu-Gao Wei)博士、太田順子君、新藤健太郎君、関戸信彰君、桜井規雄君、その他大学院生、学生の皆さんに感謝の意を表します。

最後に、本研究の遂行に対する両親および妻佳代の終始変わらず陰の助力に対しても心から感謝の意を表します。