

# 軟窒化処理鋼の微視的組織とピッチング特性

## Microstructures and Pitting Fatigue Properties in Soft-Nitrided Steels

高山 透/Toru Takayama・総合技術研究所 基礎研究部 副主任研究員 工博

日野谷重晴/Shigeharu Hinotani・総合技術研究所 基礎研究部 部長 工博

和泉康治/Kouji Izumi・条鋼事業部 条鋼部

鎌田芳彦/Yoshihiko Kamada・小倉製鉄所 開発室 参事 工博

西田和彦/Kazuhiko Nishida・小倉製鉄所 専門部長 工博

### 要 約

種々の軟窒化鋼における微視的組織を、断面試料の EPMA および試料表面からの研磨技術を伴う X 線回折法によって調査した。表面近傍のポーラス層を有する化合物層は次のように特徴付けられた。(1)塩浴軟窒化鋼の場合、主成分は  $\epsilon$  相で、ポーラス層には  $M_3O_4$  と  $\gamma'$  相が存在し、内部では明らかに  $\gamma'$  相の存在量が増加した。 $\epsilon$  相の格子定数は内部ほど減少した。(2)ガス軟窒化鋼の場合、主成分は  $\epsilon$  相で、ポーラス層には  $M_3O_4$  が存在した。(1)の場合ほど顕著ではないが、 $\epsilon$  相の格子定数は内部ほど減少した。(3)イオン窒化鋼の場合、主成分は  $\gamma'$  相で、上層に  $\alpha$ -Fe 相と  $\epsilon$  相が存在し、内部ほど  $\epsilon$  相の存在量は増加した。ポーラス層厚さは(1)、(2)、(3)の順に減少し、ローラーピッチング試験結果では(1)の場合にのみ剥離特性が不芳であった。ピッチング特性に関し、表面近傍の  $\epsilon$  相、 $\gamma'$  相、 $M_3O_4$  について計算した体積膨張率を用いて議論した。

### Synopsis

The microstructural changes in several soft-nitrided steels have been examined by using electron probe microanalysis on cross-section samples and the X-ray diffraction method combined with a polishing technique from the sample surface. The compound layers, including porous layers near surfaces, were characterized into following cases: (1) In the case of fused bath soft-nitriding, the compound layer was mainly  $\epsilon$ -phase, and the porous layer including  $M_3O_4$  and  $\gamma'$ -phases. The  $\gamma'$ -phase increased with depth. The  $\epsilon$ -phase lattice constants distinctly decreased with depth. (2) In the case of gas soft-nitriding, the compound layer was mainly  $\epsilon$ -phase, and the porous layer including  $M_3O_4$ . The  $\epsilon$ -phase lattice constant changes were smaller than in case (1). (3) In the case of ion nitriding, the compound layer was mainly  $\gamma'$ -phase.  $\alpha$ -Fe and  $\epsilon$ -phases existed near the surface region. The  $\epsilon$ -phase increased with depth. The pitting-resistance was poor for the steel with thicker porous layer as in case (1). The reason was discussed with reference to the volume expansion according to the formation of  $\epsilon$ -,  $\gamma'$ -, and  $M_3O_4$  phases.

## 1. 緒 言

自動車用エンジンの高出力化、小型化、低騒音化の要求に伴い、熱処理歪が小さくピッチング特性に優れた高い疲労強度を有する歯車が求められている。従来から鋼の表面改質技術として歯車等に施されてきた浸炭焼入れ法は、鋼の表面硬化層と内部硬度の向上をもたらす、高い疲労強度を要求される自動車部品等に広く利用されている。しかし、機械加工後の浸炭焼入れでは処理温度が1123Kから1223Kであるため熱処理歪が大きく、歯車に要求される高い寸法精度を必ずしも満足しなかった。そこで、寸法精度を上げるため調質熱処理後に機械加工する工法も行われている

が、この場合は根本的な素材鋼の疲労強度の向上および機械加工性が重要な課題であった。

こうした中、高い疲労強度と寸法精度を満足させる工法として、窒化処理法が注目されるようになった<sup>1)</sup>。窒化処理法としては、①  $NH_3$  ガスのみをを用いたガス窒化法、②  $KCN$ O 等の塩浴中で処理を行う塩浴軟窒化法、③  $NH_3$  ガスと吸熱性ガス (RX ガス)<sup>2)</sup> を混合して用いるガス軟窒化法、④  $N_2$  と  $H_2$  の混合ガスをプラズマ中に送り込んで処理を行うイオン窒化法 (プラズマ窒化法) 等<sup>3)</sup> が挙げられる。このような方法で製造された窒化処理鋼は、鋼種や窒化条件等にも左右されるが、一般に高い疲労強度<sup>1),3)</sup> を有し、処理温度も870K近傍であることから熱処理歪も小さく、浸

炭焼入れ材に比べて寸法精度が良好である。

窒化鋼の化合物層に生成するポーラス層の状態や窒化物の存在形態が窒化条件によって異なることは従来から指摘されている<sup>3)</sup>が、ピッチング特性との関係については調査された例が少ない。そこで、従来から試みられている塩浴軟窒化、ガス軟窒化、イオン窒化の各処理条件を選び、微視的組織の変化を明らかにするとともに、ピッチング特性との関連について検討した。

## 2. 実験方法

### 2-1 試料

70Mg 転炉で溶製後、分塊圧延した供試鋼の化学成分を第1表に示す。この供試鋼を熱間圧延、焼きならし(1223 K)、焼戻し(943 K)を行ったのち、第1図のローラーピッチング試験片に加工した。その後、第2表に示すような、各種条件で軟窒化処理を施した。

第1表 供試鋼の化学成分 (mass%)

Table 1 Chemical composition of steel (mass%)

C	Si	Mn	Cr	Mo	sol. Al	Pb	V
0.25	0.27	0.90	0.97	0.20	0.058	0.11	0.09

### 2-2 断面観察および元素分析

軟窒化鋼の断面を鏡面研磨した試料の観察および元素分析には、走査電子顕微鏡 (SEM, 日立製 S-4100型, 電子加速電圧10kV) および電子線マイクロアナライザー (EPMA, 島津製 EPMA-8705型, 電子加速電圧15kV) を用いた。

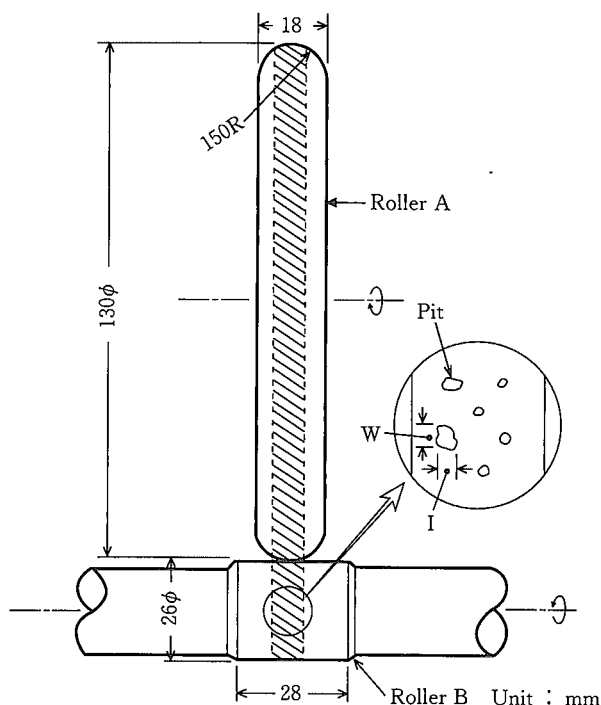
### 2-3 深さ方向結晶構造解析

深さ方向の結晶構造変化<sup>4)</sup>を調べるため、エメリーパー (#1 000—1 200) によって軟窒化鋼表面から研磨深さを変えながら  $2\theta-\theta$  走査法による X線回折測定 (マックス

イエンス製 MXP-18型, Cu 対陰極30kV—100mA) を行った。この場合の研磨深さはマイクロゲージによる減少厚さの測定と断面の光学顕微鏡による観察から求めた。

### 2-4 ローラーピッチング試験

ローラーピッチング試験<sup>5)</sup>は第1図に示したようなローラーAとBを、面圧2.5GPa, 回転速度 $17\text{s}^{-1}$ , すべり率40%, 油温 $353\pm 3\text{K}$ の条件で $5\times 10^4$ 回転させることによって実施した。ピッチング特性は、試験後にローラーB上の接触部に生じた幅0.1mm以上のピッチング部の概算面積 ( $I\times W$ ) の総和によって評価した。



第1図 ローラーピッチング試験の方法を示す概略図  
斜線部：ローラー接触部

Fig.1 Schematic diagram of roller pitting test  
Slant lines: touching parts of rollers

第2表 軟窒化処理条件

Table 2 Conditions of nitriding treatment

No.	Method	Atmosphere	Treatment pattern
1	Fused bath soft-nitriding	MOCN <sup>a)</sup>	853K×14.4ks→WC <sup>d)</sup>
2	Fused bath soft-nitriding	MCN <sup>b)</sup> +Air	843K×21.6ks→OC <sup>e)</sup>
3	Gas soft-nitriding	RX <sup>c)</sup> : NH <sub>3</sub> =6:4	863K×14.4ks→OC <sup>e)</sup>
4	Gas soft-nitriding	RX <sup>c)</sup> : NH <sub>3</sub> : Air=4.8:4.8:0.4	843K×21.6ks→OC <sup>e)</sup>
5	Ion nitriding	N <sub>2</sub> : H <sub>2</sub> : Ar=0.2:4.9:4.9	843K×28.8ks→FC <sup>f)</sup>
6	Ion nitriding	N <sub>2</sub> : H <sub>2</sub> =5:5	843K×14.4ks→FC <sup>f)</sup>

a) Mainly potassium cyanate, b) Mainly potassium cyanide, c) Endothermic gas,

d) Water cooling, e) Oil cooling, f) Furnace cooling

### 3. 結果と考察

#### 3-1 窒化層の断面形態と元素分布

軟窒化鋼の断面SEM観察例を写真1に示す。白色層と呼ばれることもある化合物層は、この図から明らかなようにポーラス層とそれより内部の緻密な層からなる。このポーラス層の厚さは窒化条件によって異なり、後述するように塩浴軟窒化鋼で厚く、それにガス軟窒化鋼が続き、イオン窒化鋼では著しく薄くなっていく。

写真1に示した試料断面についてEPMAによって、塩

浴軟窒化鋼 No.1の特性X線強度の元素マッピングを行った結果を写真2に示す。また、試料表面から深さ方向の線分析を行った例を第2図に示す。写真2からポーラス層にOが濃化し<sup>6),7)</sup>、Nの分布から化合物層と母材の粒界に沿って窒化物が生成していると考えられる。また、第2図から窒化条件によっていずれの場合も化合物層にはCが、その表層近傍のポーラス層にはOが濃化しており、特に化合物層でのCの局所的な濃化は塩浴軟窒化鋼 No.1とイオン窒化鋼 No.6で顕著である。

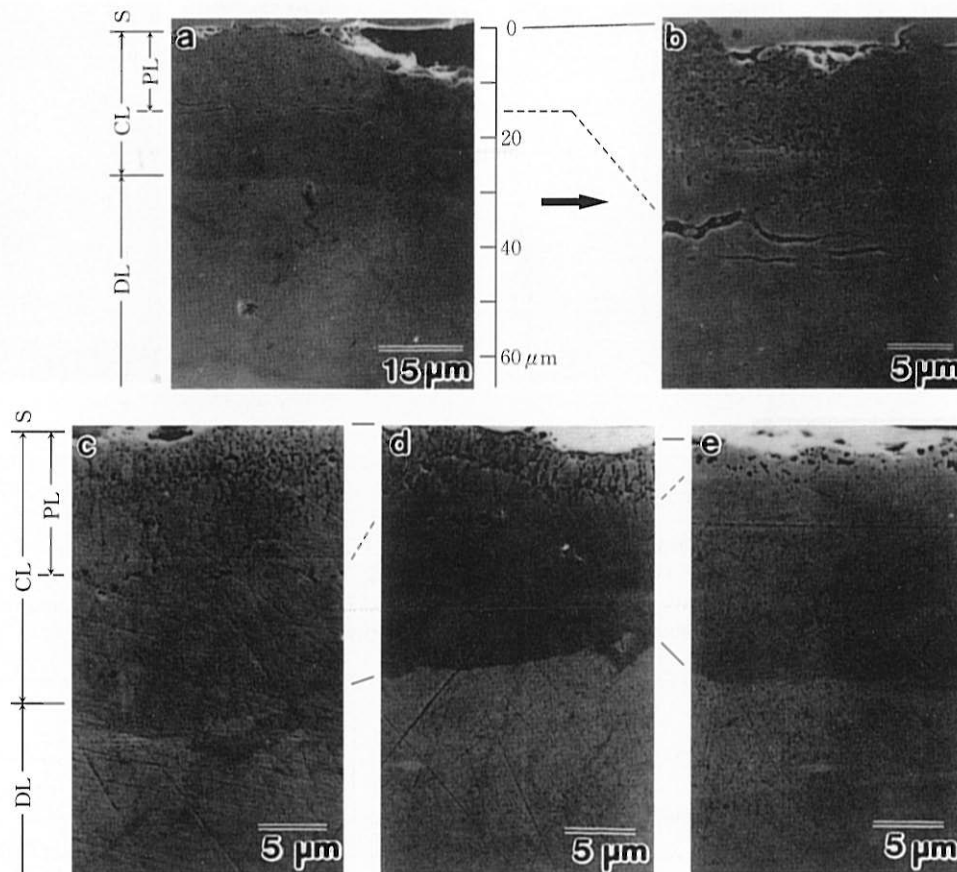


写真1 軟窒化鋼断面のSEM像

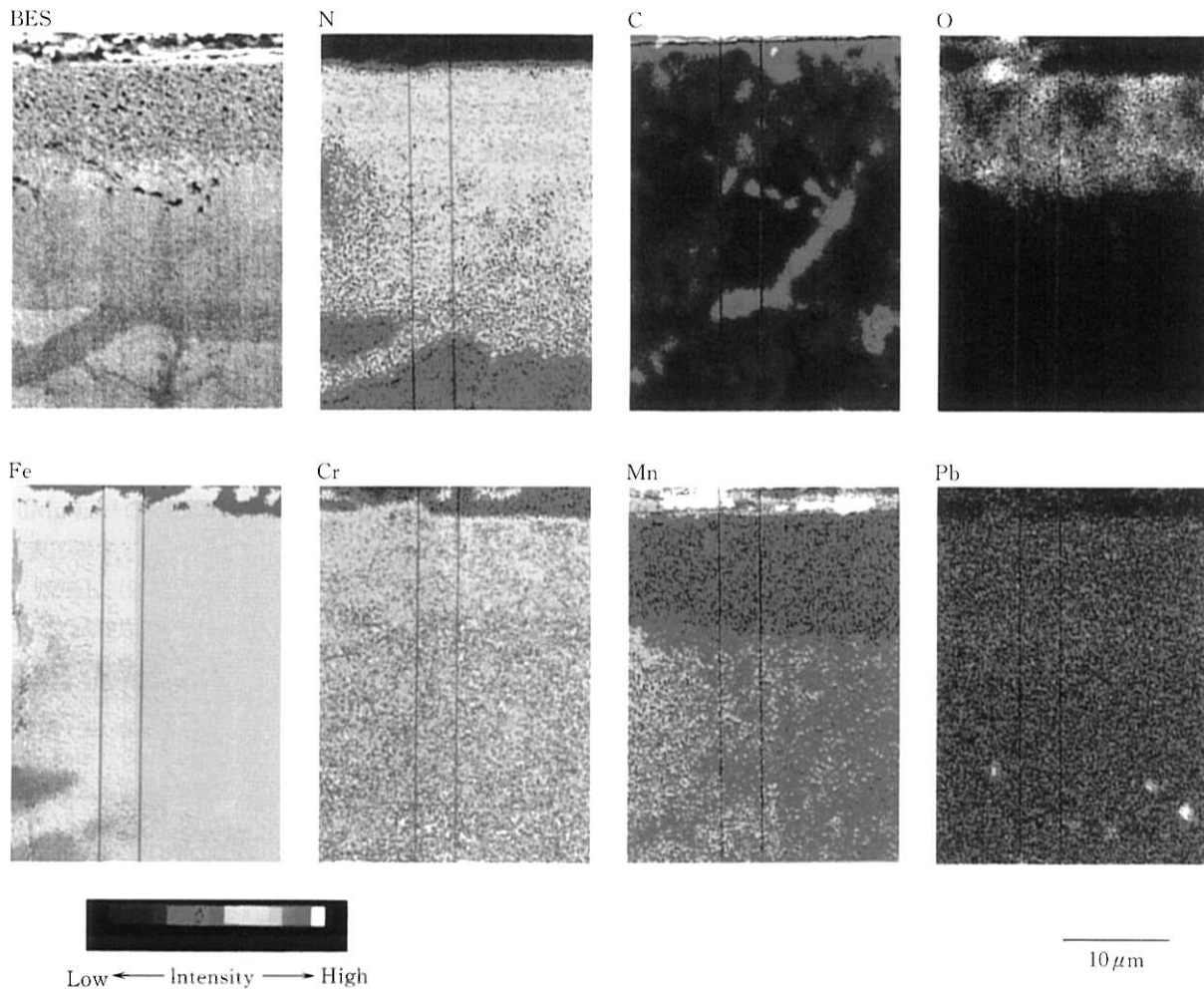
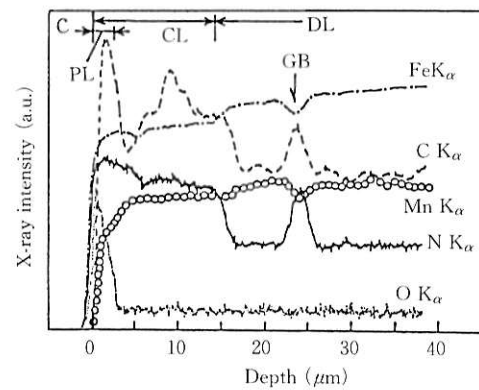
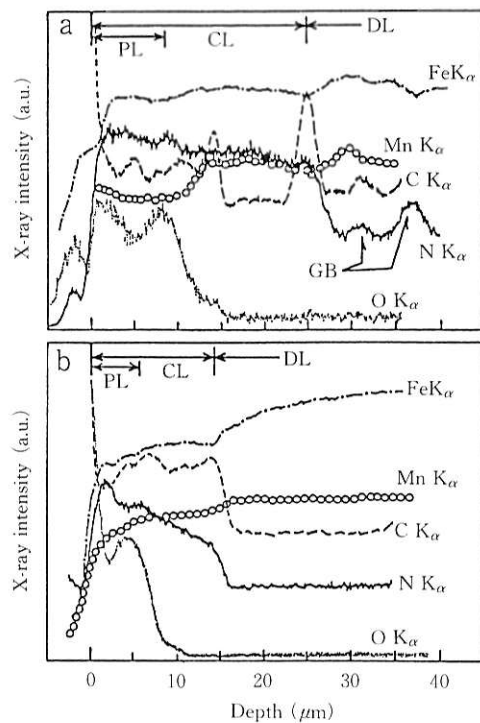
(a) 試料 No.1, (b) 写真(a)の拡大, (c) 試料 No.3, (d) 試料 No.4, (e) 試料 No.6

S: 表面, CL: 化合物層, PL: ポーラス層, DL: 拡散層

Photo 1 Scanning electron micrographs of cross-section of nitrided steels

(a) Sample No.1, (b) Enlargement of a part of (a), (c) Sample No.3, (d) Sample No.4, (e) Sample No.6

S: Surface, CL: Compound Layer, PL: Porous Layer, DL: Diffusion Layer

写真2 EPMAによる軟窒化鋼断面の元素マッピング結果 [試料 No.1]<sup>4)</sup>BES: 後方散乱電子像, Pb: L $\alpha$  線強度, その他の元素: K $\alpha$  線強度Photo 2 Elemental mapping of cross-section of nitrided steel No.1 by using electron probe microanalyzer<sup>4)</sup>BES: Backscattering Electron Scanning image, Pb: L $\alpha$  intensity, Others: K $\alpha$  intensities第2図 EPMAによる軟窒化鋼断面の線分析結果<sup>4)</sup>

(a) 試料 No.1, (b) 試料 No.3, (c) 試料 No.6

CL: 化合物層, PL: ポーラス層, DL: 拡散層,

GB: 母材の粒界

Fig.2 Elemental line profiles of cross-section of nitrided

steels by using electron probe microanalyzer<sup>4)</sup>

(a) Sample No.1, (b) Sample No.3, (c) Sample No.6

CL: Compound Layer, PL: Porous Layer,

DL: Diffusion Layer, GB: Grain Boundary of matrix

## 3-2 深さ方向結晶構造変化

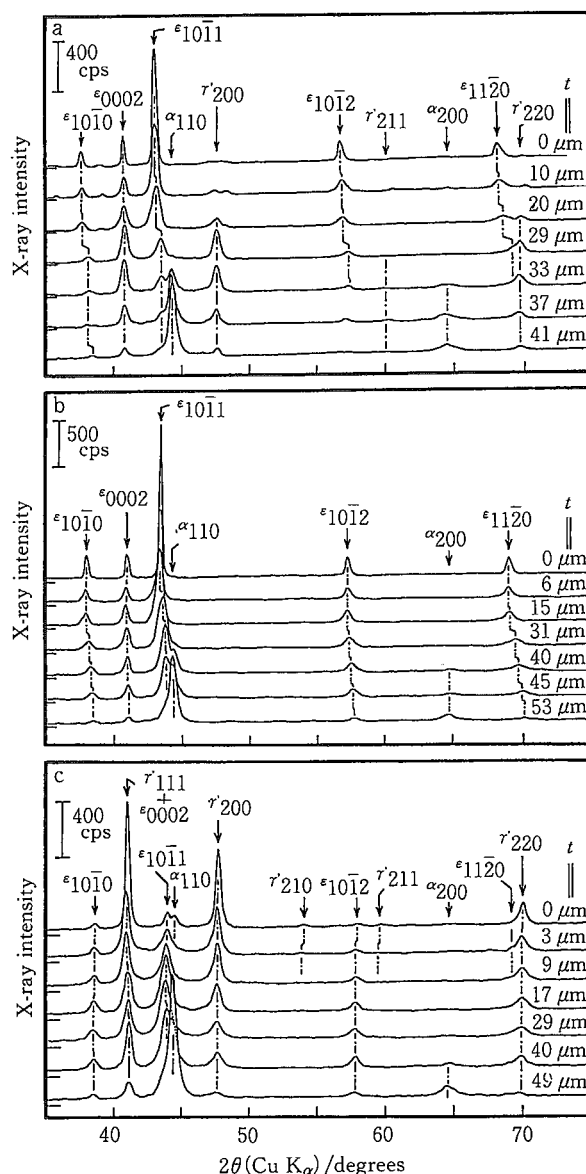
### 3-2-1 表面近傍層のX線回折図形

試料表面に対してX線回折測定を行った結果、塩浴軟窒化鋼では表面近傍に六方晶系の窒化物である $\epsilon$ 相とスピネル型酸化物 $M_3O_4$  (Magnetite,  $Fe_3O_4$ の格子定数に近い) および立方晶系の窒化物である $\gamma'$ 相が微量混在し、ガス軟窒化鋼では主成分が $\epsilon$ 相で $M_3O_4$ が微量混在し、イオン窒化鋼では主成分が $\gamma'$ 相で $\epsilon$ 相と $\alpha$ -Fe相が混在していることが明らかになった。イオン窒化鋼において表面近傍に $\alpha$ -Fe相が存在することは、X線を試料表面に対して極低角度一定で入射する視斜角入射X線回折法 (GIXD)<sup>8)</sup>によっても確認できた。

なお、イオン窒化鋼のポーラス層部分にも第2図(c)に見られるようにOが濃化しているが、通常のX線回折およびGIXD測定では酸化物の存在は確認できなかった。これは、ポーラス層が薄く、生成された酸化物が微量であるか、もしくは結晶化していないため、検出できなかったものと考えられる。

### 3-2-2 深さ方向でのX線回折図形の変化

これらの試料について、エメリーペーパーで研磨深さを変えながらX線回折測定を行った結果の例を第3図に示す。研磨による歪によって回折X線ピークが若干ブロードになるが、第3図(a)の塩浴軟窒化鋼 No.1では研磨深さが増すにしたがって $\gamma'$ 相が顕著に確認され、研磨深さ29 $\mu m$ 以上になると母材 $\alpha$ -Fe相が出現している。SEMで確認された化合物層厚さ約28 $\mu m$ とこの測定での $\alpha$ -Fe相の出現深さが異なるのは、写真2および第2図に見られたように、拡散層粒界にも窒化物が存在しているということだけではなく、もともとの試料表面荒さが起因しているものと考えられる。第3図(b)のガス軟窒化鋼 No.3では研磨深さが増しても、ほとんど $\epsilon$ 相だけであった。第3図(c)のイオン窒化鋼 No.6では研磨深さが増すと、表面近傍の $\alpha$ -Fe相がまず消失し、 $\epsilon$ 相の回折X線ピーク強度が増してくることが解る。試料 No.1, No.3, No.4, No.6について、 $\epsilon$ 相、 $\gamma'$ 相、 $\alpha$ -Fe相の各回折X線ピークの積分強度を研磨深さ $t$ に対してプロットした結果を第4図に示す。この結果は前述の相の混在状況をよく表している。

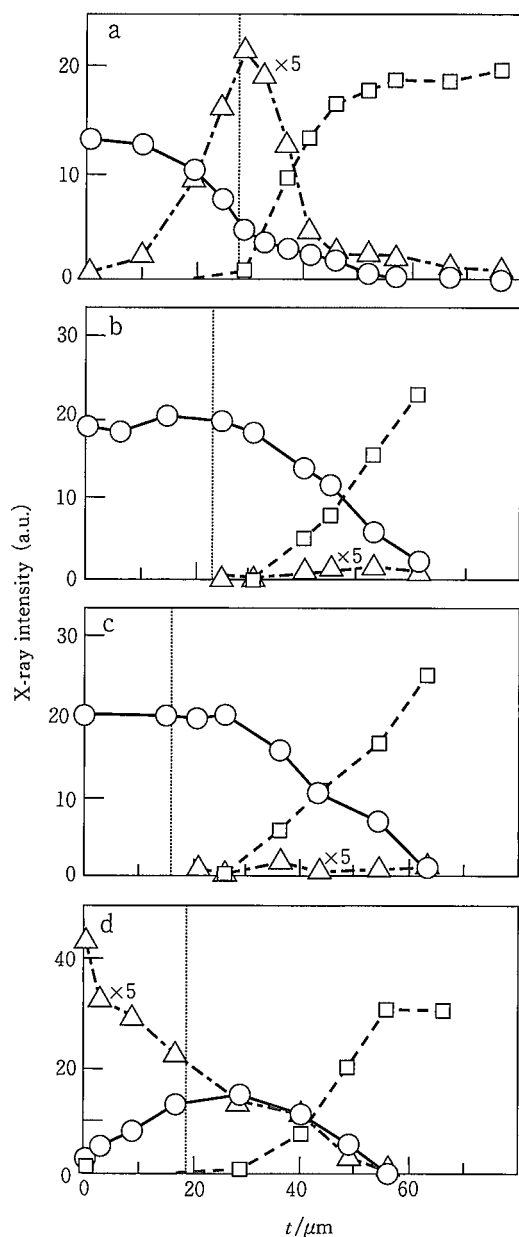


第3図 表面からの研磨深さ( $t$ )を変化させたときのX線回折図形の変化<sup>4)</sup>

(a) 試料 No.1, (b) 試料 No.3, (c) 試料 No.6

Fig.3 X-ray diffraction patterns as a function of polishing depth ( $t$ )<sup>4)</sup>

(a) Sample No.1, (b) Sample No.3, (c) Sample No.6



第4図 表面からの研磨深さ( $t$ )を変化させたときの回折X線ピークの積分強度変化<sup>4)</sup>

(a) 試料 No.1, (b) 試料 No.3, (c) 試料 No.4, (d) 試料 No.6  
 ○:  $\epsilon$  相の  $(10\bar{1}0)$ ,  $(10\bar{1}1)$ ,  $(10\bar{1}2)$  の各ピーク強度の和,  
 $\Delta$ :  $\gamma'$  相の  $(200)$  ピーク,  $\square$ :  $\alpha$ -Fe 相の  $(110)$  と  $(200)$  ピークの和, 点線: 化合物層と拡散層の界面

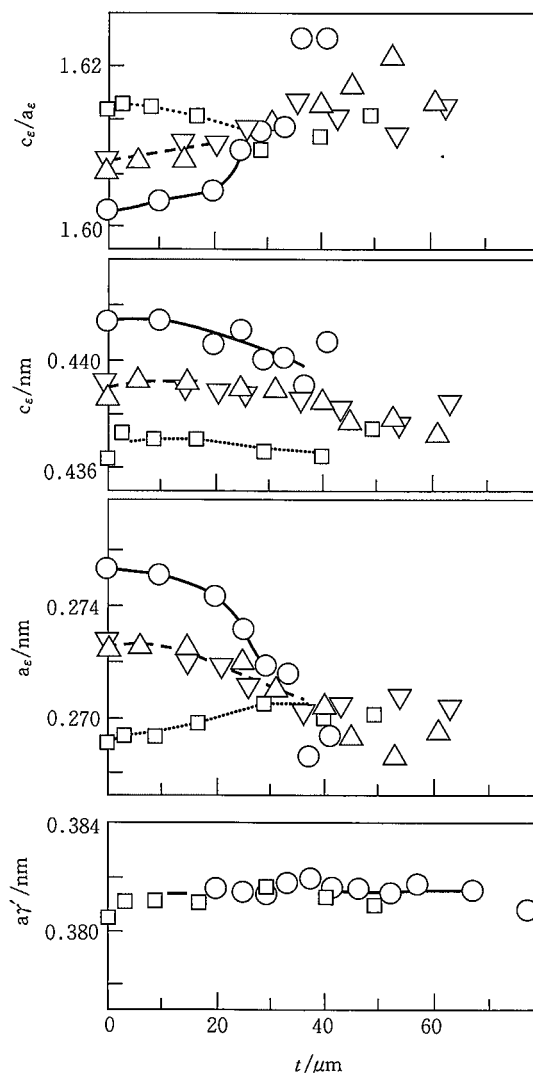
Fig.4 X-ray diffraction intensities as a function of polishing depth( $t$ )<sup>4)</sup>

(a) Sample No.1, (b) Sample No.3, (c) Sample No.4, (d) Sample No.6  
 ○:  $(10\bar{1}0) + (10\bar{1}1) + (10\bar{1}2)$  peaks of  $\epsilon$ -phase,  $\Delta$ :  $(200)$  peak of  $\gamma'$ -phase,  $\square$ :  $(110) + (200)$  peaks of  $\alpha$ -Fe,  
 Dotted line: Boundary between compound and diffusion layers

### 3-2-3 深さ方向での結晶相の格子定数変化

第3図のX線回折図形を見ると, 塩浴軟窒化鋼 No.1とガス軟窒化鋼 No.3において  $\epsilon$  相の回折X線ピークが特に

大きくシフトしている。通常  $\epsilon$  相のNおよびCの固溶濃度範囲は広いことが知られており (一般に  $\epsilon$  相中のNとCの溶解度の和は8から11mass%)<sup>9)</sup>, これが深さ方向での回折X線ピークシフトの原因と考えられる。そこで, 回折X線ピーク位置から  $\epsilon$  相および  $\gamma'$  相の格子定数を概算し, 研磨深さ  $t$  に対してプロットした結果を第5図に示す。この図より,  $\gamma'$  相についてはほとんど格子定数に変化は見られないが,  $\epsilon$  相については塩浴軟窒化鋼 No.1およびガス軟窒化鋼 No.3, No.4において研磨深さに伴って格子定数が小さくなる (N, C濃度が低くなる) ことが明らかになった。特に塩浴軟窒化鋼 No.1での  $\epsilon$  相の深さ方向での格子定数減少が顕著である。



第5図 表面からの研磨深さ( $t$ )を変化させたときの  $\epsilon$  相と  $\gamma'$  相の格子定数変化<sup>4)</sup>

○: 試料 No.1,  $\Delta$ : 試料 No.3,  $\nabla$ : 試料 No.4,  $\square$ : 試料 No.6

Fig.5 Lattice constants of  $\epsilon$ - and  $\gamma'$ -phases as a function of polishing depth ( $t$ )<sup>4)</sup>

○: Sample No.1,  $\Delta$ : Sample No.3,  $\nabla$ : Sample No.4,  $\square$ : Sample No.6

Jack のデータ<sup>10)</sup>を基に  $\epsilon$  相への N (C を含まない) の固溶による格子定数変化から窒化物組成を概算すると、塩浴軟窒化鋼 No.1 では表面近傍で  $\text{Fe}_2\text{N}$ 、ガス軟窒化鋼 No.3 と No.4 では表面近傍で  $\text{Fe}_{2.5}\text{N}$  となり、これらの試料の拡散層近傍およびイオン窒化鋼 No.6 の場合は  $\text{Fe}_3\text{N}$  程度になった。本試料では  $\epsilon$  相が C を含有しているが、Fe の存在比率としてはこの傾向に一致するものと考えられる。

### 3-3 窒化物の生成過程

以上の結果から、本実験においては各窒化処理法に対応して第 6 図のような 3 種類の断面組織として各試料を分類することができる。そこで、生成された窒化物の存在状態から処理雰囲気や予測した窒化反応を考えることで、逆に生成過程の考察を試みる。

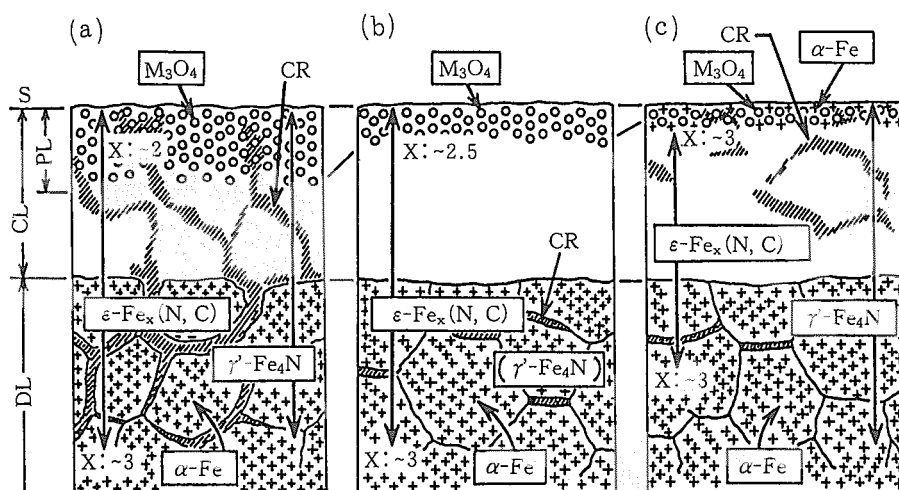
873K 以下の Fe-N-C 系平衡状態図<sup>9)</sup>によると、先にも述べたように  $\gamma'$  相の C 固溶限が低いので、C 濃度の高い条件では  $\gamma'$  相はほとんど生成されない。したがって、第 6 図(a)のような塩浴軟窒化鋼では化合物層内部に顕著に  $\gamma'$  相が存在したことから比較的 C 濃度が低く N 濃度の高い雰囲気中で反応が進んだものと考えられる。一方、第 6 図(b)のようなガス軟窒化鋼の処理条件下においては、 $\gamma'$  相がほとんど認められなかったことから RX ガスの使用により C 濃度の比較的高い雰囲気中で反応が進んだものと考えられる。しかし、第 6 図(c)のようなイオン窒化鋼についてはこれらの処理雰囲気下での N および C 濃度で整理できない。一般にイオン窒化反応は、イオンスパッタリングによって気相に放出された Fe 原子が気相中で解離した N 原子と反応して  $\text{FeN}$  や  $\text{Fe}_2\text{N}$  を生成し、それが表層に吸着することによって生じるといわれる<sup>11)</sup>。第 6 図(c)のようなイオン窒化

鋼においても、試料表面で一度生成された窒化物がイオンスパッタリングによって解離したことによって生じたと考えられる  $\alpha$ -Fe 相、その内部に化合物状態の異なる  $\gamma'$  相と  $\epsilon$  相が混在している。処理雰囲気から C が鋼中に入らないイオン窒化処理において、化合物層中および拡散層の母材粒界に C の濃化した  $\epsilon$  相の存在が認められるが、これは母材 C (0.25mass%) の濃化によるものと考えられる。

### 3-4 化合物層の微視的組織とピッチング特性

ローラーピッチング試験によって調査した剥離部の概算面積  $A_{pit}$  を化合物層厚さ  $t_c$  およびポーラス層厚さ  $t_p$  に対して試験ごとの測定結果をプロットして第 7 図に示す。ピッチング特性にはばらつきが大きい。化合物層の厚さよりはポーラス層の厚さとよい相関があり、ポーラス層が厚くなるほど、ピッチングによる剥離面積が増大する傾向がある。この結果は化合物層が厚くてもガス軟窒化鋼 No.3 のように必ずしもピッチング特性が悪いわけではなく、ポーラス層厚さにピッチング特性が強く依存していることを示している。ポーラス層厚さが  $6\mu\text{m}$  以下であれば、ほぼ良好な特性が得られている。実際に剥離の生じた部分を SEM によって観察した一例として、塩浴軟窒化鋼 No.2 の観察結果を写真 3 に示す。この図に見られるように、ピッチングは化合物層と拡散層の境界で生じるのではなく、化合物層の中のポーラス層と緻密な層の境界付近で生じていた。

第 6 図(a)のような塩浴軟窒化鋼の場合にのみピッチング特性がよくなかった原因は、塩浴軟窒化鋼ではポーラス層が厚くなっていたからであると考えられる。ピッチングが



第 6 図 軟窒化鋼の断面構造を示す模式図

(a) 塩浴軟窒化鋼, (b) ガス軟窒化鋼, (c) イオン窒化鋼

S: 表面, CL: 化合物層, PL: ポーラス層, DL: 拡散層,

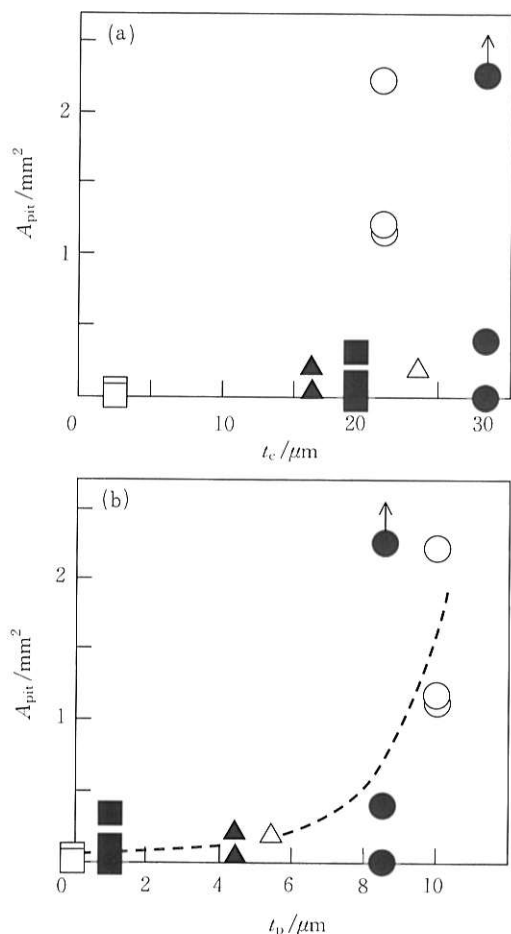
CR: C 濃化領域

Fig.6 Schematic diagrams of cross-section structure in nitrided steels

(a) Fused bath soft-nitrided steel, (b) Gas soft-nitrided steel, (c) Ion nitrided steel

S: Surface, CL: Compound Layer, PL: Porous Layer, DL: Diffusion Layer, CR: C-rich Region





第7図 (a) 化合物層 ( $t_c$ ) と(b) ポーラス層 ( $t_p$ ) の厚さに対する概算ピッチング面積 ( $A_{pit}$ )

●: 試料 No.1, ○: 試料 No.2, △: 試料 No.3,  
▲: 試料 No.4, □: 試料 No.5, ■: 試料 No.6,  
↑: 全面剥離

Fig.7 Estimated pitting area ( $A_{pit}$ ) versus thicknesses of (a) compound layer ( $t_c$ ) and (b) porous layer ( $t_p$ )  
●: Sample No.1, ○: Sample No.2, △: Sample No.3,  
▲: Sample No.4, □: Sample No.5, ■: Sample No.6,  
Arrow: Spalling

ポーラス層とそれより内部の緻密な層の境界近傍で発生しているの、剥離現象は表層近傍の微視的部分での応力と関係していると考えられる。そこで、試料表面に対して行ったX線回折測定結果より概算した各結晶相の格子定数を用い、処理によって生成した結晶相の体積膨張を Fe 1molあたりの体積として求めた。その結果、 $\alpha$ -Fe 1molが  $7.17 \text{ cm}^3$ であるのに対し、窒化物では  $8.25$  から  $8.74 \text{ cm}^3$ 、酸化物  $\text{M}_2\text{O}_3$  では  $14.85 \text{ cm}^3$  となり、 $\text{M}_2\text{O}_3$  の体積変化が他の結晶相に比べて著しく大きいことが解った。したがって、酸化物の存在が組織境界での大きな応力発生をもたらすものと推測される。

また、ポーラス層厚さが比較的大きい塩浴軟窒化鋼 [第6図(a)] とガス軟窒化鋼 [第6図(b)] の違いとして、塩浴軟窒化鋼ではポーラス層にも  $\epsilon$  相と  $\gamma'$  相が混在しており、この二相の体積変化を比較すると、Fe 1mol あたり  $\epsilon$  相が  $8.74 \text{ cm}^3$ 、 $\gamma'$  相が  $8.33 \text{ cm}^3$  と 5% の膨張率の違いがある。さらには、塩浴軟窒化鋼での二相混在による結晶整合歪みが、 $\gamma'$  相がほとんど存在しないガス軟窒化鋼に比べてピッチング特性を悪化させた要因の一つと考えられる。イオン窒化鋼 [第6図(c)] の場合にも  $\epsilon$  相と  $\gamma'$  相が混在しているが、概算した格子定数から最密面である  $\epsilon$  相の (0001) 面と  $\gamma'$  相の (111) 面の結晶整合性 [ $a/\sqrt{2}a_c$ ] を比較すると、塩浴軟窒化鋼の場合は 1.022、イオン窒化鋼の場合は 1.002 となり、イオン窒化鋼の方が整合性は良好であった。したがって、結晶整合性のよくない  $\epsilon$  相と  $\gamma'$  相の混在もピッチング特性を悪化させる要因の一つと思われる。

## 4. 結 言

塩浴軟窒化、ガス軟窒化、イオン窒化の各処理法によって生成された軟窒化鋼について試料表面からの深さ方向での元素分布および結晶構造変化とピッチング特性を比較し、

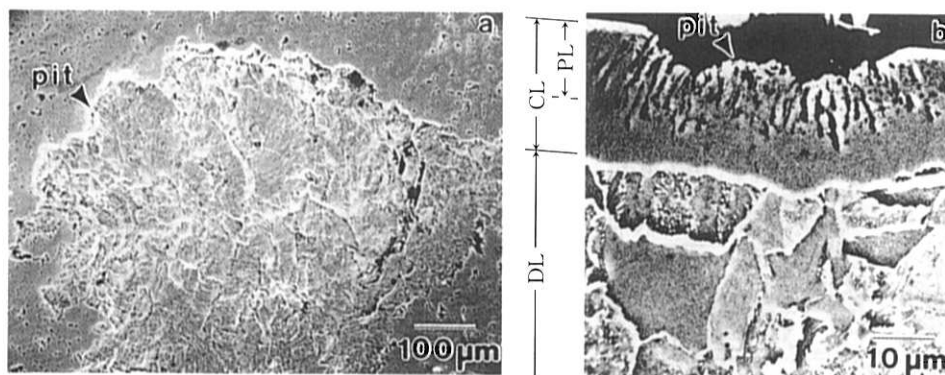


写真3 ローラーピッチング試験後のピッチング部のSEM像 [試料 No.2]

(a) 表面, (b) 断面

CL: 化合物層, PL: ポーラス層, DL: 拡散層

Photo 3 Scanning electron micrographs of pitting parts after roller pitting test [Sample No.2]

(a) Top view, (b) Cross-section view

CL: Compound Layer, PL: Porous Layer, DL: Diffusion Layer



相関関係を調査し、次のことが明らかになった。

- (1) 軟窒化条件によって化合物層の組織は次のように変化した。①塩浴軟窒化鋼では主成分が $\epsilon$ 相で、表層近傍のポーラス層に酸化物 $M_3O_4$ と $\gamma'$ 相が微量混在し、内部に $\gamma'$ 相が顕著に混在する。②ガス軟窒化鋼では主成分が $\epsilon$ 相で、表層近傍のポーラス層に酸化物 $M_3O_4$ が混在し、 $\gamma'$ 相がほとんど存在しない。③イオン窒化鋼では主成分が $\gamma'$ 相で、表面近傍に $\epsilon$ 相と $\alpha$ -Fe相が混在し、内部ほど $\epsilon$ 相の存在比率が高い。
- (2)  $\epsilon$ 相の格子定数は深さ方向で①と②の場合に大きく減少し、③ではほとんど変化しない。
- (3) 873K以下のFe-N-C系平衡状態図と生成された窒化物の比較より、①の場合はC濃度の低い雰囲気で、②ではC濃度の高い雰囲気で生成されたものと考えられた。
- (4) ポーラス層厚さは①から③の順で減少し、ピッチング特性は①の場合にのみ不劣であった。

- (5) ①の場合にピッチング特性のよくない要因としては、表面近傍のポーラス層が厚く、このポーラス層に存在する酸化物 $M_3O_4$ が他の窒化物相に比べて体積変化が著しく大きく、さらには、混在する $\epsilon$ 相と $\gamma'$ 相の結晶整合性がよくないことが考えられた。

#### ＜謝辞＞

本研究の遂行にあたり、多大な御意見、御指導を仰ぎましたトヨタ自動車株式会社 第1材料技術部 近藤正顕氏、森元秀氏に深く感謝致します。



高山 透/Toru Takayama

総合技術研究所 基礎研究部  
副主任研究員 工博

(問合せ先：06(489)5736)

#### 参考文献

- 1) 三輪能久, 柴田伸也, 岡崎健, 相原賢治, 神原進: 日本金属学会会報, 31 (1992), p.339
- 2) 内藤武志: 浸炭焼入れの実際, (1979), p.5, 日刊工業新聞社
- 3) 高瀬孝夫: 鉄と鋼, 66 (1980), p.1423
- 4) 高山透, 日野谷重晴, 和泉康治, 鎌田芳彦, 近藤正顕, 森元秀: 鉄と鋼, 82 (1996), p.611
- 5) K. Nakamura and T. Naito: SAE September, (1983), p.

11

- 6) 宮田武, 伏見慎二: 熱処理, 16 (1976), p.140
- 7) 塩谷恩: 熱処理, 19 (1979), p.225
- 8) 高山透, 日野谷重晴: 日本金属学会会報, 31 (1992), p.687
- 9) F. K. Naumann and G. Lanscheid: Arch. Eisenhüttenw., 36 (1968), p.677
- 10) K. H. Jack: Acta Cryst., 5 (1952), p.404
- 11) B. Edenhoffer: Härtereitechn. Mitt., 29 (1974), p.105