

川崎重工業(株)技術研究所

李野兵衛 岡本康治

工博 西山幸夫

1. まえがき

イオン窒化法は従来のガス窒化や塩浴窒化に比べ、種々の特徴を有し、また、無公害技術という点からも広く実用されるようになってきた。窒化鋼の疲労特性についてはその組織（特に拡散層における窒素の状態）と密接に関係することが明らかになっている⁽¹⁾。イオン窒化の場合には、さらに化合物層の組成や形態が従来の窒化法と異なることや温度測定 of 困難さに起因するブラウナイト層の生成があり、これらの疲労特性への影響を明らかにすることは実用上重要と考えられる。

ここでは、窒化組織の疲労特性への影響を中心とした研究結果を述べる。

2. 実験方法

供試材は組織変化が明瞭にあらわれる軟鋼を主として用い種々の条件でイオン窒化処理し、各種の試験に供した。疲労試験は小野式回転曲げ試験機（10kg-m, 3600rpm）で行った。疲労試験片の形状を図1に示す。また、金属組織観察、硬さ分布測定、化合物の同定、残留応力測定も行った。

3. イオン窒化層

(a) 組織と硬さ

イオン窒化鋼の窒化層は従来の窒化と同様に最表面の化合物層とその内側の窒素拡散層よりなる。写真1に窒化断面組織の一例を示す。拡散層では、窒素は鉄中に固溶するか窒化物として存在する。炭素鋼では α -Fe中への窒素の固溶限の温度変化にともなって析出状態が異なり、 $(\alpha''\text{-Fe}_{16}\text{N}_2)$ や $(\gamma'\text{-Fe}_4\text{N})$ 等が析出する。図2はイオン窒化鋼の硬さ分布におよぼす処理時間および窒素の固溶化処理の影響を示す。Al, Cr等を含む合金鋼ではそれらの安定な窒化物が形成されるため炭素鋼にみられるような鉄窒化物の固溶、析出現象やそれに伴った硬さ変化はみられない。

(b) 化合物層

イオン窒化鋼の組織における特徴は化合物層の形態とその組成において顕著である。写真2は衝撃破断させた化合物層の走査型電子顕微鏡観察結果を示す。

塩浴窒化やガス窒化で得られた化合物層は多孔質であるのに対しイオン窒化では緻密な層が得られている。このような形態の差は耐摩耗性や耐食性に影響することが知られている。⁽²⁾⁽³⁾

イオン窒化では窒化雰囲気 of ガス組成を自由に変えられるため、化合物層の組成もある程度変化させることができる。すなわち、窒

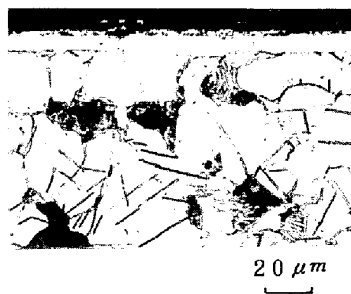


写真1 イオン窒化鋼 (S15CK) の断面組織 (570°C×6hr F.C.)

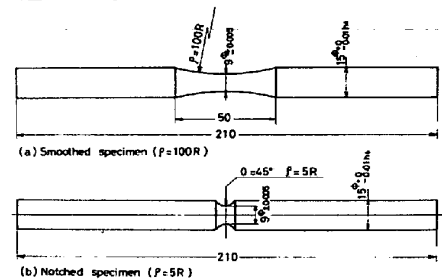


図1 疲労試験片の形状 (mm)

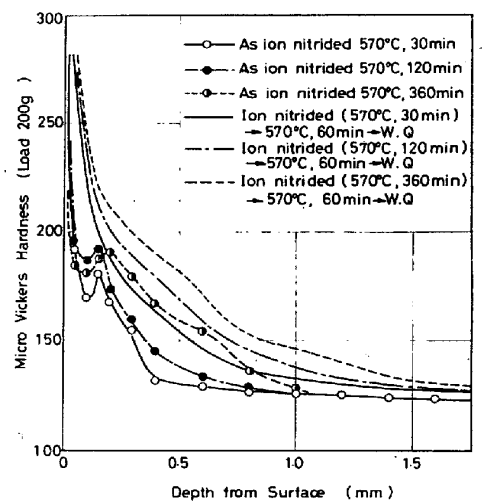


図2 イオン窒化鋼の断面硬さ分布におよぼす処理時間と固溶化処理の影響 (S15CK)

素分圧を高めるか、あるいは炭化水素を添加することによって、(ε-Fe₃N)相が形成されやすくなり、化合物層の厚さも増加する。

(c) ブラウナイト層

窒化処理は通常、鉄-窒素二元系の共析点(590℃)以下の温度で行れる。しかし、イオン窒化ではグロー放電を利用しているため、部品形状によっては著しく過熱される場合があり、熱電対による直接測定ができないことも加わって、異常組織が生じることがある。この組織はブラウナイトと呼ばれる(γ'-Fe₄N)と(α-Fe)の共析組織で、鉄-炭素系のパーライトに相当するものである。

写真3にブラウナイトの発生したイオン窒化層を示す。

(d) 残留応力

窒化層には疲労強度に有効な圧縮残留応力が発生する。図3にイオン窒化した軟鋼の残留応力分布を塩浴窒化と比較して示した。イオン窒化鋼では窒化後炉冷されるため、通常急冷される塩浴窒化鋼に比べて圧縮残留応力は小さい。しかし、固溶化処理を行うことによって圧縮残留応力は増加する。

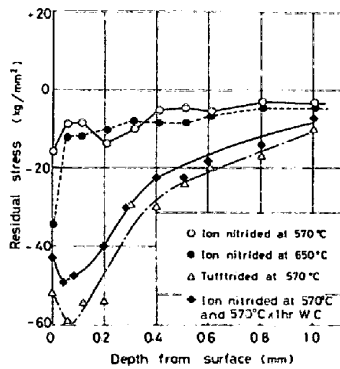


図3 イオン窒化層に発生する残留応力分布(S15CK)

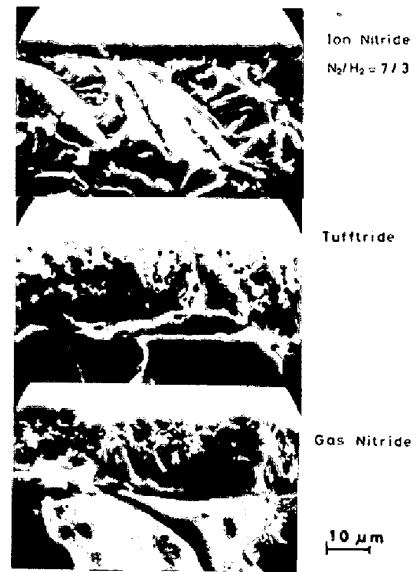


写真2 化合物層の形態の比較 (S15CK鋼)

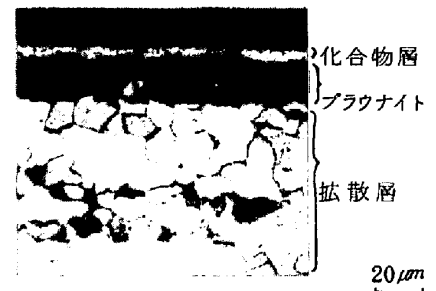


写真3 ブラウナイトのみられるイオン窒化層(S15CK, 650℃×6hr)

3. 疲労特性

(a) 処理時間

イオン窒化した軟鋼の疲労試験結果を図4に示す。処理時間の増加とともに疲労強度は上昇している。これは図2に示した硬さ分布で明らかのように拡散層が処理時間の増加とともに厚くなることによるものである。

炭素鋼の場合窒化後徐冷すると窒化物が析出し、疲労強度が低下する。この対策として固溶化処理を行うと図4中に示したように強度は上昇し、窒化後水冷した塩浴窒化鋼とほぼ等しくなる。イオン窒化においても、

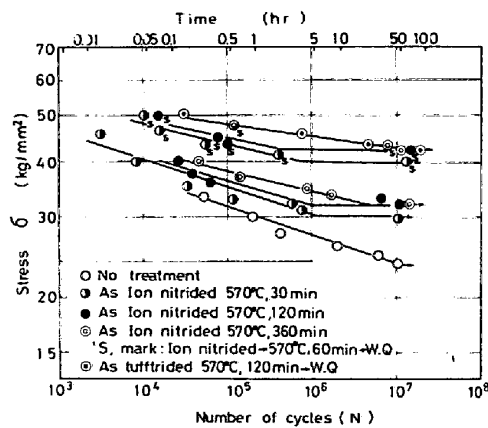


図4 イオン窒化鋼の疲労特性(処理時間、固溶化処理の影響)(S15CK鋼, 平滑試片)

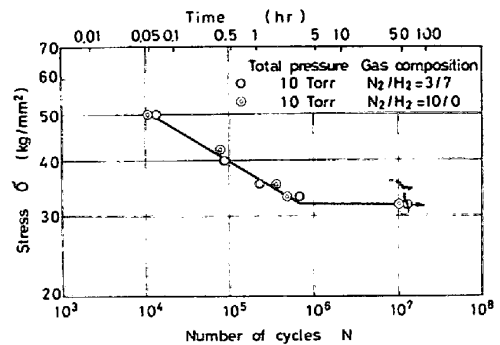


図5 イオン窒化鋼の疲労特性(化合物層組成の影響)(S15CK鋼, 切欠き試片)

窒化後急冷できる装置が開発され、実用化されている。

(b) 化合物層組成の影響

図5は化合物層組成の疲労強度への影響を示す。この場合は、負荷応力が表面で大きい切欠き試験片を用いた。化合物層を γ' 単相(ガス組成比 $N_2/H_2 = 3/7$)、 $\gamma' + \epsilon$ 混合相($N_2/H_2 = 10/0$)としたときの疲労強度の変化である。化合物層の組成の違いによる疲労強度の差は認められなかった。

(c) 化合物層の有無の影響およびブラウナイト層の影響

図6に塩浴窒化鋼での疲労特性におよぼす化合物層の有無の影響を示す。この場合には化合物層の有無の影響は認められない⁽⁴⁾。一方、イオン窒化鋼では化合物層の形態が異なるため、塩浴窒化鋼とは異った傾向を示すことが予想される。そこで、イオン窒化鋼の疲労強度におよぼす化合物層の影響を、ブラウナイト発生材と非発生材の両方について実施し、ブラウナイト層の有無の影響も同時に調べるとともに、化合物層の除去方法もイオンスパッタリングと電解研磨の2種類で行ない、除去方法の影響も検討した。

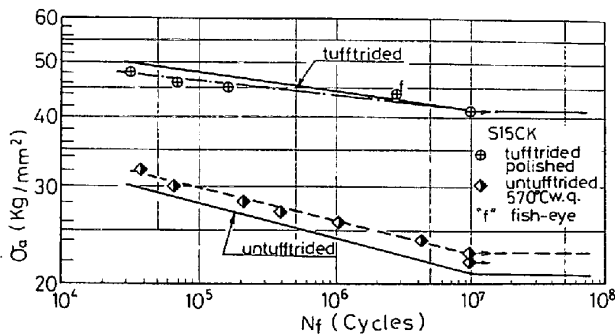


図6 塩浴窒化鋼の疲労特性におよぼす化合物層の影響(S15CK鋼, 平滑試験片, タフトライド570°C×2hr, 水冷)

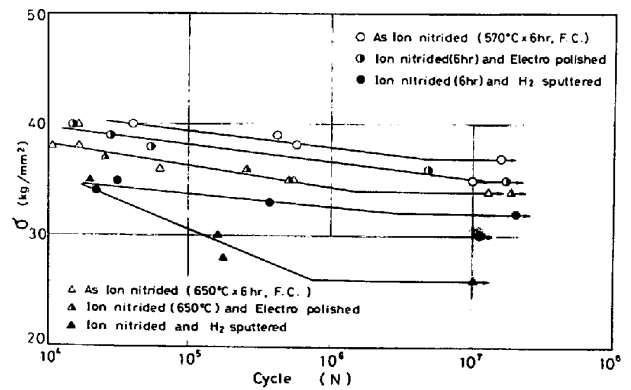


図7 イオン窒化鋼の疲労特性におよぼす化合物層およびブラウナイト層の影響(S15CK鋼, 平滑試験片)

図7に平滑試験片での化合物層の有無およびブラウナイト層の有無の影響を示す。まず、化合物層の有無の影響については、化合物層の存在する方が高い疲労特性を示す。化合物層を除去したものについては電解除去に比べイオンスパッタリングの方が強度が低い。これはイオンスパッタリングの場合に拡散層での脱窒・脱炭が生じるためである。次に、ブラウナイト発生材の影響についてはブラウナイト発生材の方が低い強度を示す。ブラウナイト発生材の場合は固溶化処理を行っても大巾な強度上昇は認められないことを確認した。ブラウナイト発生材については、化合物層を電解除去した場合には強度変化は認められないが、イオンスパッタリングにより除去した場合にはかなりの強度低下が認められる。この場合も570°C処理と同様に、イオンスパッタリングを行うと図8に示すように脱窒・脱炭が起こり、ブラウナイト層が消失するためである。電解により化合物層のみを除去した場合に強度変化を生じないのは図3に示したようにブラウナイト層の

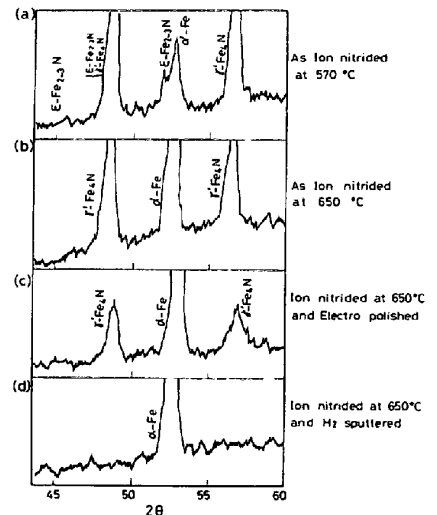


図8 イオン窒化鋼のX線回折結果(Co K α , S15CK鋼)

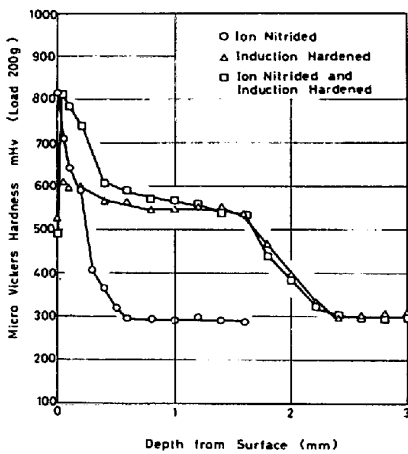


図9 各種の表面硬化処理を行った3% CrMo鋼の硬さ分布

縮残留応力が比較的大きいためであろう。

(d) イオン窒化と高周波焼入れの複合熱処理

窒化処理は種々の特徴を有するが欠点の一つは硬化層が薄いことである。特に、大型部品では厚い硬化層が要求され窒化法の適用上問題となることが多い。そこで、イオン窒化後高周波焼入れを行い、複合熱処理の効果を検討した。供試材は大型歯車に用いられる3% CrMo鋼である。

図9はイオン窒化後高周波焼入れした場合の硬さ分布をそれぞれ単独の場合と比較したものである。複合熱処理の場合には化合物層は高周波焼入れにより消失し、拡散層でも極く表面で脱窒を生じるため最表面の硬さはイオン窒化材より低い、少し内側では極めて微細なマルテンサイト(Fe-C-N系)が生成し高い硬さが得られる。疲労特性については複合熱処理の場合に最も高強度が得られるとの報告⁽⁵⁾もあるが、本実験では、

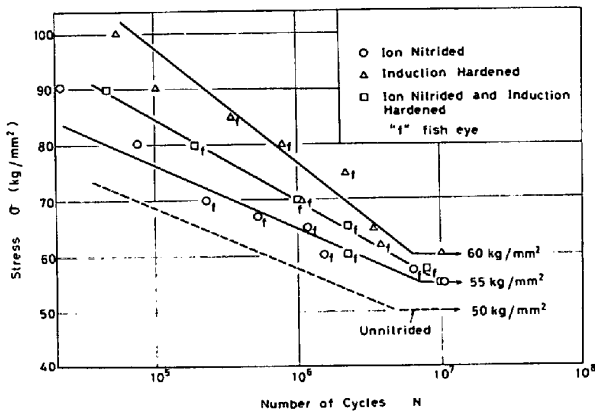


図10 各種の表面硬化処理を行った3% CrMo鋼の疲労特性(平滑試片)

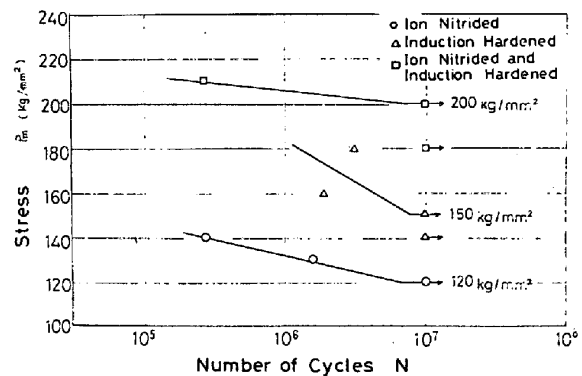


図11 各種の表面硬化処理を行った3% CrMo鋼の転動疲労特性

図10に示すように異った結果が得られた。表面硬化材の疲労特性は硬化深さの影響が大きく、最適硬化深さが存在するためであろう。一方、転動疲労試験の場合は一般に硬くて深い硬化層が有利であり、図11に示す結果が得られた。

4 おわりに

イオン窒化鋼の疲労特性におよぼす金属組織の影響を主として軟鋼を例にとって述べた。合金鋼の場合は窒化物は安定であり、窒化法の違いによる疲労特性の差はほとんどみられない。イオン窒化が適正な条件で使用され、広く工業製品に応用されることを期待する。

(参考文献)

- (1)喜多, 苧野, 中村, 岡崎: 日本金属学会誌, 38, (1974), 852.
- (2)苧野, 岡本, 松田, 喜多: 日本金属学会誌, 41, (1977), 225.
- (3)岡本, 苧野, 松田, 喜多: 川崎重工技報, 70, (1979), 8.
- (4)岡崎, 中川, 中村, 鈴木: 材料, 26, (1977), 1002.
- (5)池永, 磯峨, 亀井, 高瀬: 熱処理, 19, 1, (1979), 8.