

博士論文

窒化鋼の疲労強度に及ぼす表面化合物層のき裂と結晶構造の影響

**Effects of Crack and Crystal Structure of Surface Compound
Layer on Fatigue Strength of Nitrided Steels**

国立大学法人 横浜国立大学大学院

工学府

山田 明德

Yoshitomi Yamada

2020 年 9 月

目次

第1章 序論	1
1-1 本研究の背景と目的	2
1-2 窒化处理手法について	4
1-3 クランクシャフトの要求特性と課題	6
1-4 本研究の構成および概要	8
第2章 本研究に関連する既往の研究	13
2-1 窒化处理における拡散層の特性が疲労強度に及ぼす影響に関する既往の研究 ..	14
2-2 窒化处理における表面化合物層の特性が疲労強度に及ぼす影響に関する既往の 研究	15
2-3 表面硬化処理品における局所疲労限度推定に関する既往の研究	16
2-4 本研究の意義および効果	17
第3章 炭素鋼軟窒化处理材の疲労限度に対するき裂状表面欠陥の影響	22
3-1 緒言	23
3-2 実験方法	23
3-2-1 供試材および試験片	23
3-2-2 材質評価方法	25
3-2-3 疲労試験方法	26
3-3 実験結果	27
3-3-1 試験片性状	27
3-3-2 疲労試験結果	29
3-4 窒化处理材における疲労限度に影響を及ぼさない最大許容き裂寸法の考察	33
3-4-1 疲労限度とき裂深さの検討	33
3-5 結言	37
第4章 炭素鋼 S50C のねじり疲労強度に及ぼす表面化合物層の結晶構造の影響	39

4-1 緒言.....	40
4-2 実験方法.....	41
4-2-1 供試材.....	41
4-2-2 ポテンシャル制御窒化处理およびガス軟窒化处理.....	42
4-2-3 試験片の材質特性.....	42
4-2-4 疲労試験.....	44
4-3 試験結果.....	44
4-3-1 化合物層の結晶構造と表面粗さ.....	44
4-3-2 疲労試験結果.....	45
4-3-3 疲労き裂および破面観察.....	46
4-3-4 硬さ分布と残留応力分布.....	49
4-4 考察.....	51
4-4-1 疲労過程における硬度上昇.....	51
4-4-2 ねじり疲労限度差についての検討.....	53
4-5 結言.....	56
第5章 合金鋼 SCM435 のねじり疲労強度に及ぼす表面化合物層の結晶構造の影響 ...	59
5-1 緒言.....	60
5-2 実験方法.....	60
5-2-1 供試品.....	60
5-2-2 ポテンシャル制御窒化处理およびガス軟窒化处理.....	62
5-2-3 化合物層の除去.....	62
5-2-4 試験片の材質特性.....	62
5-2-5 疲労試験.....	63
5-3 実験結果.....	64
5-3-1 化合物層の結晶構造と表面粗さ.....	64

5-3-2 硬さ分布と残留応力分布	65
5-3-3 ねじり疲労試験結果.....	68
5-3-4 疲労き裂および破面観察	69
5-4 考察.....	73
5-4-1 ねじり疲労限度差についての検討.....	73
5-5 結言.....	75
第6章 総括	78

本論文で使用する記号一覧

a : き裂の深さ

a_c : 疲労限度に影響を及ぼさない最大許容き裂寸法

c : き裂の半径

EBSD : Electron Back Scattered Diffraction (電子線後方散乱回折法)

f : 周波数

HV : ビッカース硬さ

K_{\max} : 最大作用応力を負荷したときの応力拡大係数

Kn : 窒化ポテンシャル

K_R : 残留応力による応力拡大係数

N_f : 疲労寿命

R : 応力比

SEM : Scanning electron microscope (走査型電子顕微鏡)

t : 板厚

W : 板幅の半長

w : スリット幅

YR : 降伏比

α : 応力集中係数

ΔK_{eff} ：有効応力拡大係数範囲

$\Delta K_{\text{eff,th}}$ ：下限界有効応力拡大係数範囲

σ_a ：応力振幅

σ_B ：引張強さ

σ_{max} ：最大負荷応力

σ_r ：残留応力

σ_w ：両振り疲労限度

$\sigma_{0.2}$ ：0.2%耐力

τ_y ：せん断降伏応力

τ_w ：任意の平均応力下でのねじり疲労限度

τ_{w0} ：平均応力が無い場合のねじり疲労限度

第1章 序論

1-1 本研究の背景と目的

地球温暖化や大気汚染などの環境問題が地球規模で拡大しており、これらを防止するために温室効果ガス排出量の削減が強く望まれている。乗用車とトラック、バスなど商用車が排出する温室効果ガスを合わせると、輸送機器における温室効果ガス排出量の90%程度を占めている。現在、自動車が排出する温室効果ガスの削減のために、ガソリンや軽油の燃焼のみを動力源としないハイブリット自動車や電気自動車、燃料電池自動車などが実用化されている。また、従来のガソリンや軽油の燃焼を用いる手法においてもエンジンの高効率化や燃焼により得られたエネルギーの損失を抑えるための低フリクション化、車両重量を軽くするために部品の軽量化が実施されている。温室効果ガスの削減目標⁽¹⁾は年々厳しくなっており、温室効果ガス排出0または低燃費化の技術開発は重要な課題となっている。

電気自動車や燃料電池自動車は自動車からの温室効果ガスの排出が0となるため、温室効果ガスの排出対策として魅力的であるが、電気自動車では航続距離や充電時間⁽²⁾、燃料電池車では水素充填が行える水素ステーション数⁽³⁾などの大衆化にはまだ克服する課題がある。そのため、現状では低燃費化が近年の温室効果ガスの削減目標を達成するための有力な方法と考える。

低燃費化として行われているエンジンの高効率化に対しては、燃料噴射圧の向上⁽⁴⁾、噴射タイミングの制御⁽⁴⁾や筒内圧の向上⁽⁴⁾などが行われている。また、エネルギー損失の低減には、トランスミッションの多段化⁽⁴⁾、フリクションロス低減のためオイルの低粘度化⁽⁴⁾やメタル接触面の改良⁽⁴⁾⁽⁶⁾などがおこなわれており、軽量化に対しては高強度材の適用による薄肉化や中空化⁽⁴⁾、鉄鋼からアルミなどの比重の低い材料への置換が実施されている。

トラックなどの商用車に着目すると特有の低燃費化手法がある。それは、一度の輸送

で運べる荷物量を増やすことで、輸送拠点間の移動回数を減らし、トータルとしての消費燃料を減らす方法である。商用車に積み込める荷物の最大量（最大積載量）は式(1-1)で決まっており、最大積載量を増やすには車両重量を減らすことが必要である。

$$\text{最大積載量} = \text{車両総重量} - \text{車両重量} \quad (1-1)$$

商用車は乗用車と異なり、車両を軽量化して削減した重量分と同等重量の積載物が増えるため、部品に対する負荷が増加する。これより、軽量化と高強度化は同時に行わなければならない。

さらに、近年の車両は【CASE】と呼ばれる新領域である Connected（コネクティッド化）Autonomous（自動運転化）、Shared（シェア化）、Electric（電動化）に対応する必要があり、その中でも Autonomous、Electric の対応には新規のデバイスを搭載する必要があり、従来の車両重量より重くなってしまうことが想定される。そのため、他のコンポーネントでの軽量化が必須課題となっている。

車両軽量化のために部品の高強度化が必要なことは上述してきたが、高強度化には特に疲労強度の向上が求められている。自動車部品において、曲げやねじりの最大負荷応力は主に部品の表面に発生するため、疲労強度向上には、高周波焼入れや浸炭焼入れ、窒化処理といった表面硬化処理が効果的であり、現在も広く使用されている。その中で窒化処理に着目すると、この処理により生成する硬化層である化合物層と拡散層のうちで、拡散層における研究⁽⁷⁾⁻⁽¹⁰⁾は多くなされているが化合物層に着目した研究はあまり実施されていない。それは、これまで化合物層を意図的に制御することが困難であったためである。近年、ポテンシャル制御窒化処理という手法が開発されたことで、化合物層の結晶構造や厚さを制御できるようになったため、化合物層の役割を明らかにすることが必要となっている。

本研究では窒化処理を行った自動車部品の疲労強度および信頼性の向上を達成するために、本研究では窒化鋼の表面化合物層に生じたき裂が曲げ疲労強度に及ぼす影響

を定量化するとともに、表面化合物層の結晶構造がねじり疲労強度に及ぼす影響を解明することを目的とした。

1-2 窒化処理手法について

窒化処理は部材の表面から窒素を侵入拡散させることで、部材の最表面に鉄と窒素の化合物である Fe_{2-3}N (ϵ 相) や Fe_4N (γ' 相) からなる硬質な表面化合物層を形成し、その直下には、鉄素地中に窒素の固溶および Cr などと合金窒化物を形成した拡散層を形成する(Fig.1-1)。そして、この処理により窒素が侵入した部位の硬さが上昇するとともに、圧縮残留応力が導入されるため、疲労強度の向上が可能となる⁽⁷⁾⁻⁽¹⁰⁾。また、窒化処理は浸炭焼入れ処理や高周波焼入れ処理と異なり、Fe-N 系において変態点以下の $500^{\circ}\text{C}\sim 590^{\circ}\text{C}$ 程度で処理するため、熱処理ひずみが小さい⁽¹²⁾というメリットを有している。窒化処理とともに軟窒化処理が自動車部品には広く使用されており、窒化処理は窒素のみを侵入拡散させるのに対して、軟窒化処理は窒素とともに炭素を侵入拡散させる手法である。

窒化 (軟窒化) 処理の方法には、塩浴、ガス、プラズマ (イオン) が使用されている。、塩浴室窒化はシアン酸塩を溶融塩として用いて、鉄-窒素系で変態点温度以下の 590°C 程度で反応させる処理である。塩浴中の反応であるため、処理時間がガス窒化に比べて短く済むメリットがある。しかし、塩浴室窒化はシアン酸塩を用いており、使用においては公害への対策が必要になる。プラズマ窒化は、窒素ガスを含む低圧の雰囲気下でグロー放電を発生させ、イオン化した窒素を用いる窒化手法であり、部品の一部のみを処理できることや化合物層の特性を調整できるメリットである。しかし、部品の角部や孔部の処理が難しく、部品の全体硬化が難しいというデメリットがある。ガス窒化処理は窒素メディアにアンモニアを使用し、加熱炉中で起こるアンモニアの分解で発生する窒素を用いており、部品の孔部なども容易に硬化できるので、部品の全体硬化に適しており、

処理部品の自由度が高く、環境的に安全であることから広く工業的に使用されている。近年、ガス窒化において窒化処理炉中の水素濃度を調整することにより、式(1-2)で定義された窒化ポテンシャル (Kn) を制御⁽¹¹⁾することが可能となった。Lerhere 図⁽¹³⁾ (Fig.1-2) に基づいて Kn を制御することで、 γ' 相 (面心立方構造⁽¹²⁾) 主体や ϵ 相 (六方最密構造⁽¹²⁾) 主体となる表面化合物層を選択することが可能となった。

$$Kn = \frac{P_{NH_3}}{P_{H_2}^{\frac{3}{2}}} \quad (1-2)$$

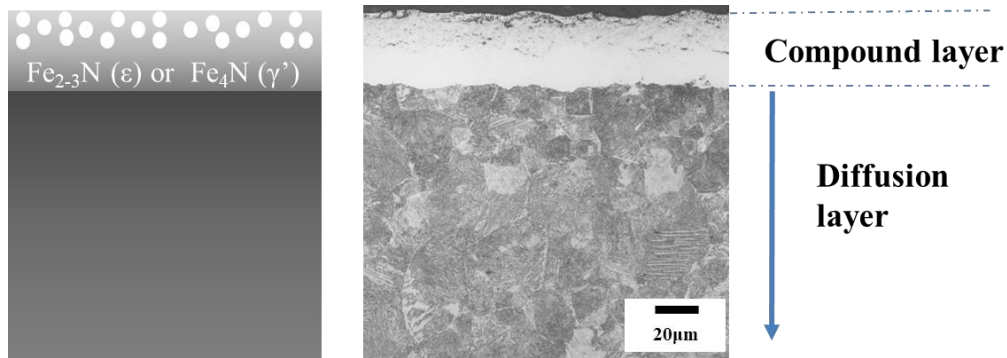


Fig.1-1 Schematic diagram of nitriding layer

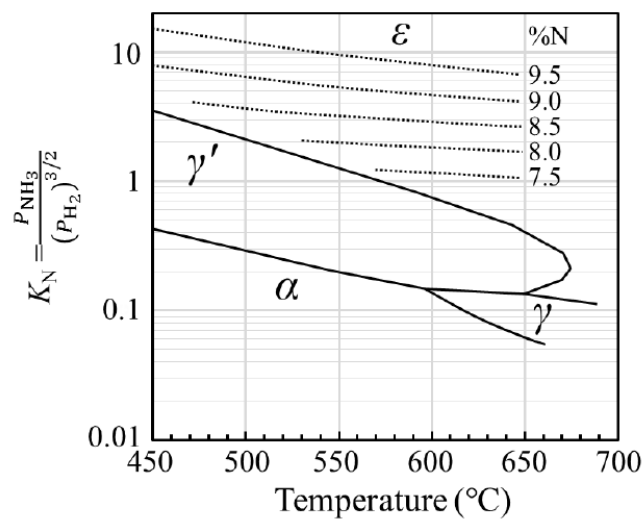


Fig.1-2 Lehrer diagram⁽¹³⁾

1-3 クランクシャフトの要求特性と課題

クランクシャフト (crank shaft) はエンジンを構成する部品あり, その中でも 5C (crank shaft, cam shaft, connecting rod, cylinder block, cylinder head) 部品の一つであるため重要な構成部品である。エンジンの構成図を Fig.1-3 に示す。エンジンは燃料の爆発により発生したエネルギーを用いてピストンに上下運動を発生させ, さらにタイヤを回すために上下運動を回転運動に変換するコンポーネントである。その中でクランクシャフトはピストンから伝わってきた上下運動を回転運動に変換し, エンジンからトランスミッションにエネルギーを伝達する部品であり, 曲げ入力とねじり入力が作用する。また, 商用車において大型エンジンの重量は約 1 ton あり, その中でクランクシャフトは約 1 割程度の重量を有しており, さらに回転慣性力で車両全体に広がる振動も発生するため軽量化が強く望まれている。

現状で, クランクシャフトには強度面において曲げ疲労強度とねじり疲労強度の確保する目的で軟窒化処理が施されている。そのため, クランクシャフトの軽量化を進めるには曲げおよびねじりの高疲労強度化を進めなければならない。そのためには新たな材料成分の設計または, 現状よりも疲労強度が向上する表面硬化処理を適用する必要がある。新たな材料成分の設計には多くの労力と時間を要することに加えて, エンジン機種ごとに一品一葉となり, 開発にコストが膨れ上がる可能性がある。そのため, クランクシャフトの高強度化には規格鋼を用いて, 現状よりも疲労強度が向上する表面硬化処理を適用する手法を取る事が容易である。

また, クランクシャフトは Fig.1-3 に示すように複雑形状なため, 軟窒化処理において寸法調整が必要な曲りが発生することがある。曲りを修正するためには, 曲げ矯正を実施する必要があるが, 矯正量を大きくすると表面化合物層にき裂が生じる可能性があるため, 矯正量を大きくできず寸法内に修正しきれないものは廃棄となってしまう。そ

ここで、表面化合物層のき裂が疲労強度におよぼす影響を明らかにできれば、適切な矯正量を適用することで、廃棄率の低減につなげることができる。

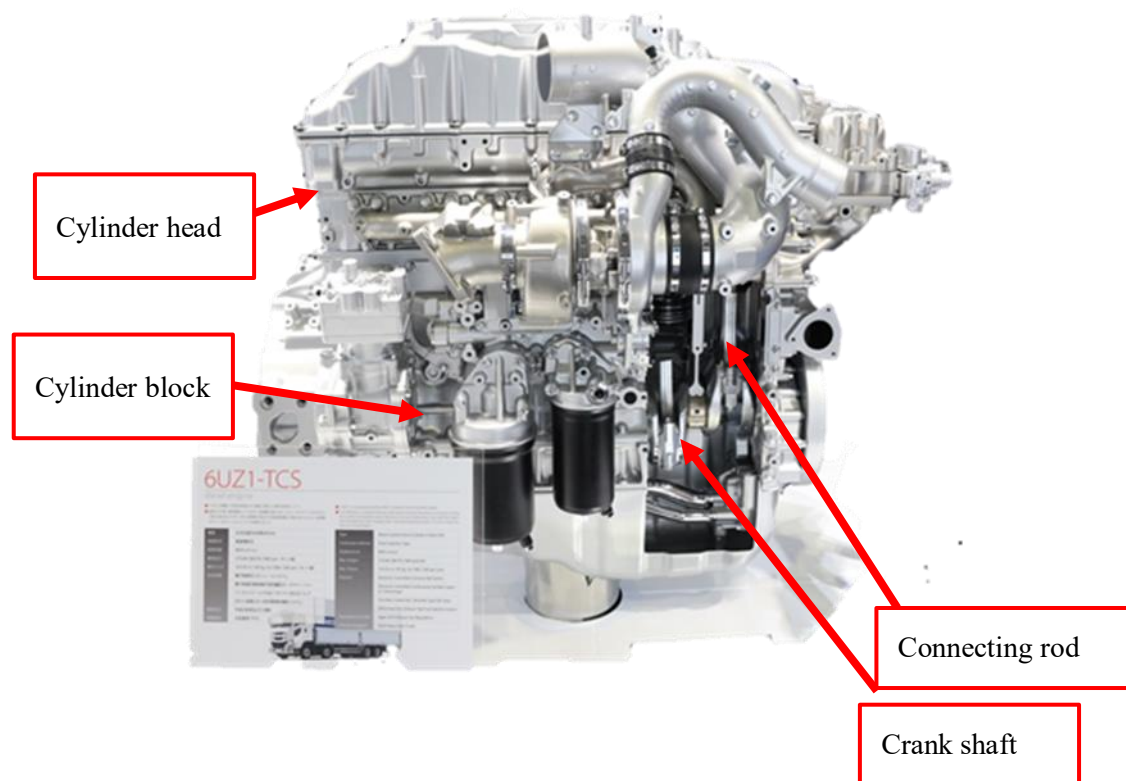


Fig.1-3 Schematic diagram of the engine

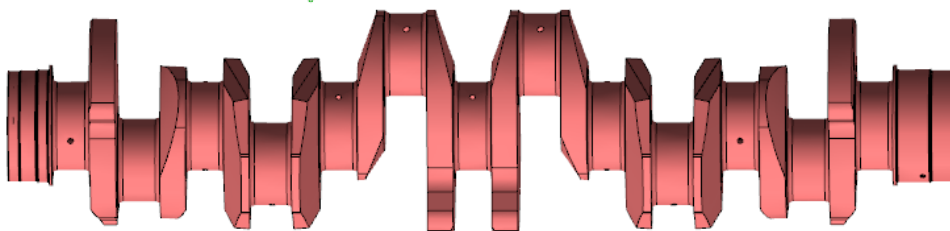


Fig.1-4 Schematic diagram of crankshaft

1-4 本研究の構成および概要

地球温暖化や大気汚染などの環境問題を解決するため、車両の低燃費化は重要な課題とおり、搭載部品の軽量化・小型化が求められている。窒化処理は、鋼材の表面に高硬度な鉄窒化物の層である表面化合物層と、母材に合金元素の微細な窒化物が析出した拡散層を生じることで、鋼材の疲労強度や耐摩耗性を向上させる手法である。窒化処理は、熱処理温度が低く、処理に伴うひずみが極めて少ないため、熱処理後の寸法調整の余剰工程を削減できるという利点を持つ。そのため、これまでもクランクシャフトや歯車などの自動車部品の高強度化に使用されている。

しかし、クランクシャフトのように、大型で複雑形状の部品に窒化処理を適用すると、寸法調整が必要な曲げ変形が生じてしまう場合がある。曲りを修正するために大きな矯正を行うと表面化合物層にき裂が生じる可能性がある。表面化合物層に発生したき裂が疲労強度に及ぼす影響を明らかにできれば、適切な曲げ矯正量を選定できるようになると考えられる。

近年、窒化処理技術の進歩に伴い、表面化合物層の結晶構造や厚さを制御することが可能となった。表面化合物層の結晶構造を、従来の ϵ 相（六方細密充填：HCP）から γ' 相（面心立方格子：FCC）にすることで、曲げ疲労強度が大きく向上することが報告⁽¹⁴⁾されている。クランクシャフト等の自動車部品の多くには曲げ応力だけでなくねじり応力も作用するため、化合物層の結晶構造がねじり疲労強度に及ぼす影響を明らかにする必要がある。

窒化処理を行った自動車部品の疲労強度および信頼性の向上を達成するために、本研究では窒化鋼の表面化合物層に生じたき裂が曲げ疲労強度に及ぼす影響を定量化するとともに、表面化合物層の結晶構造がねじり疲労強度に及ぼす影響を解明することを目指すとした。

本論文は 6 章から構成されており、各章の概要は以下の通りである。

第1章 序論：本研究の背景を述べ、本研究の目的および本論文の構成について述べた。

第2章 本研究に関連する既往の研究：本研究に関連する既往の研究の概要を述べ、本研究の独自性および新規性を明確化するとともに、本研究の意義と期待される効果について述べた。

第3章 軟窒化処理を行った炭素鋼の曲げ疲労限度に及ぼすき裂状表面欠陥の影響：軟窒化処理を行った炭素鋼 S50C に、深さが異なるき裂状の半円スリットを導入し、曲げ疲労試験を行った。半円スリット深さが曲げ疲労限度に及ぼす影響ならびに疲労限度上無害な表面欠陥寸法を実験的に解明した。さらに、き裂先端の応力場の大きさを表す応力拡大係数と供試材の下限界応力拡大係数範囲の関係より、疲労限度上、無害化可能な表面欠陥寸法を予測した。実験値と予測結果を比較し、予測方法の妥当性を検証した。

第4章 炭素鋼 S50C のねじり疲労強度に及ぼす表面化合物層の結晶構造の影響：ポテンシャル制御窒化処理と軟窒化処理を行い、表面化合物層がそれぞれ γ' 相主体と ϵ 相主体となる炭素鋼 S50C の試験片を用いて、ねじり疲労試験を行った。表面化合物層の結晶構造の違いが、ねじり疲労強度に及ぼす影響を明らかにした。疲労試験前に比べて、試験後に拡散層の硬さは上昇することを明らかにした。さらに、表面から深さ方向への硬さと残留応力の分布から、局所疲労限度を予測する手法を提案した。予測した局所疲労限度と疲労試験時の負荷応力の分布を比較することにより、疲労破壊機構について検証した。

第5章 合金鋼 SCM435 のねじり疲労強度に及ぼす表面化合物層の結晶構造の影響：クランクシャフトの高強度化を目的に、合金鋼の適用が期待されている。そこで、合金鋼 SCM435 にポテンシャル制御窒化処理と軟窒化処理を行い、表面化合物層がそれぞれ γ' 相主体と ϵ 相主体となる試験片を作製した。さらに、それぞ

れの表面化合物層を機械的に除去した試験片を作製した。これらの試験片を用いて、ねじり疲労試験を行った。表面化合物層の結晶構造と表面化合物層の有無がねじり疲労強度に及ぼす影響を明らかにした。さらに、表面から深さ方向への硬さと残留応力の分布から予測した局所疲労限度の分布と疲労試験時の負荷応力分布を比較することで、疲労破壊機構について考察した。

第6章 総括：各章で得られた結論を述べ、本研究を総括した。

参考文献

- (1) 経済産業省. “自動車新時代戦略会議（第1回）資料”, 第1回自動車新時代戦略会議, (2018).
- (2) 環境省. “自動車対策の今後の展開と課題”, 次世代自動車普及戦略, (2009).
- (3) 経済産業省. “水素インフラの現状と今後の方向性”, 第4回次世代燃料供給インフラ研究会, (2018).
- (4) 国土交通省, 経済産業省. “燃費改善技術について”, 第3回自動車燃費基準小委員会, (2017).
- (5) 神谷 周, 千年 俊之, 出崎 亨. 自動車技術会シンポジウム“ディーゼルエンジンのさらなる高効率化を目指すコンポーネントの革新”資料. p.28-33, (1995).
- (6) 木村 有宏, 幸島 元彦. 自動車技術会シンポジウム“ディーゼルエンジンのさらなる高効率化を目指すコンポーネントの革新”資料. p.34-39, (2015).
- (7) 浅見 克敏, 寺沢 正男. タフトライド処理鋼の疲労限推定に関する一検討 (その1). 材料, 23, p.564-568, (1973).
- (8) 青山 咸恒, 小川 一義. ガス軟窒化処理した Cr-Mo 鋼試験片(SCM4) の回転曲げ疲労強度. 材料, 26, p.62-67, (1977).
- (9) K. Genel, M. Demirkol, Effect of ion nitriding on fatigue behaviour of AISI 4140 steel. Materials Science and Engineering: A, 279, p.207-216, (2000).
- (10) A. Alsaran, M. Karakan, A. Çelik, The investigation of mechanical properties of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel. Materials Characterization, 48, p.323-327, (2002).
- (11) 河田 一喜 : 熱処理, 49, p.64-68, (2009).
- (12) D. Liedtke, 宮本 吾郎監訳, 鉄の窒化と軟窒化, アグネ技術センター, (2011).
- (13) Spies, H. J., Berf, H. J., Zimdars, H. Fortschritte beim sensorkontrollierten Gasnitrieren und nitrocarburieren. Harterei-Techn. Mitt, 58, p.189-197, (2003).

- (14) 平岡 泰, 石田 暁丈, 梅澤 修. ガス窒化处理した SCM435 鋼の回転曲げ疲労強度に及ぼす表面化合物相の影響. 熱処理, 57, p.64-72, (2017).

第2章 本研究に関連する既往の研究

2-1 窒化处理における拡散層の特性が疲労強度に及ぼす影響に関する既往の研究

窒化处理は古くから使用されている表面硬化処理であり、タフトライド処理（塩浴軟窒化处理）⁽¹⁾⁻⁽³⁾、ガス（軟）窒化⁽³⁾⁻⁽⁵⁾、プラズマ窒化⁽⁵⁾⁻⁽⁹⁾などが開発され、近年ではポテンシャル制御窒化⁽¹⁰⁾⁻⁽¹²⁾が注目されている。

窒化处理による疲労強度向上に関して、タフトライド処理⁽¹³⁾⁻⁽¹⁵⁾、ガス軟窒化・窒化处理⁽¹⁶⁾⁻⁽²²⁾やプラズマ（イオン）窒化⁽¹⁸⁾⁽²³⁾⁻⁽³⁰⁾に対する研究が報告されている。これらにおいて、窒化处理における疲労強度向上の機構は窒素の固溶と拡散による表層での硬さ向上と圧縮残留応力の付与によるものであることが示されている。その中で、喜多ら⁽¹³⁾低炭素鋼に窒化处理を施し、窒化による拡散層深さが深くなるほど疲労限度が向上することを示した。さらに、疲労過程の組織観察より、固溶窒素は繰り返し入力によりすべり面に析出することを明らかにし、窒化处理による疲労強度向上は硬さの向上とすべり面に析出した窒化物が要因であると示した。浅見ら⁽¹⁴⁾はタフトライド処理材の疲労限度推定に対して、従来の硬さから求める疲労限度推定式の代わりに、硬さと残留応力から算出する疲労限度推定式を用いることでより推定精度が向上することを示した。

ガス軟窒化处理が疲労強度に及ぼす影響については青山ら⁽¹⁶⁾により研究され、合金鋼にガス軟窒化处理を施し、塩浴窒化处理と同様にガス軟窒化においても疲労強度が向上することを示した。さらに、浅見ら⁽¹⁴⁾と同様に、表面起点で破損する試験片の疲労限度は硬さから求められる疲労限度に残留応力を平均応力として考慮することで推定でき、実験値とよく一致することを示した。しかし、内部起点で破損する試験片においては推定値が実験値より低くなることを示した。また、小林ら⁽¹⁸⁾も窒化材の疲労強度予測法を研究しており、試験片の残留応力を平均応力として考え、化合物層を欠陥とみなして、村上らの式（ \sqrt{area} パラメータモデル）を用いることで疲労限度を予測できることを明

らかにした。Pariente⁽²²⁾らは窒化処理材における疲労き裂伝播挙動の調査を行うため、深さ 0.120 mm 程度の円孔欠陥のある窒化処理試験片を用いて疲労試験を実施し、疲労限度と初期欠陥サイズから K_{th} を算出した。そして、硬さから推定した K_{th} をが実験から求めた K_{th} とよく一致することを示した。これらは主に拡散層に着眼点をおいた研究であり、表面化合物層が疲労強度におよぼす影響についての検討はあまり行われていなかった。

2-2 窒化処理における表面化合物層の特性が疲労強度に及ぼす影響に関する既往の研究

近年、工業的に多く使用されているガス窒化と同様にガスを用いて窒化処理を実施するポテンシャル制御窒化を用いることで、表面化合物層の結晶構造を制御出来るようになったため、表面化合物層が疲労強度に及ぼす影響の研究も行われるようになってきている。ポテンシャル制御窒化処理を実施し、表面化合物層を $Fe_{2-3}N$ (ϵ 相) 主体から Fe_4N (γ' 相) 主体とすることで、引張圧縮疲労強度⁽³¹⁾、回転曲げ疲労強度⁽³²⁾および面疲労強度⁽³¹⁾が向上することが示された。ここで、高木ら⁽³¹⁾は、合金鋼に軟窒化処理とポテンシャル制御窒化を行い、表面化合物層の結晶構造が ϵ 相 主体または γ' 相 主体となるノッチ付き試験片も用いて軸疲労試験を実施し、疲労破壊が表面化合物層から発生することを示し、化合物層の破壊靱性値と下限界応力拡大係数との関係から軸疲労強度向上の機構を明らかにした。また、平岡ら⁽³²⁾は、小野式回転曲げ疲労試験を実施し、疲労初期に発生する化合物層内のき裂形態が ϵ 相主体と γ' 相主体の場合では異なることを明らかにし、それは化合物層の結晶構造における破壊靱性の違い、結晶粒度と圧縮残留応力の違いによりき裂発生抵抗が異なることが要因であると示した。小林ら⁽³³⁾は 1.3 MPa のヘルツ応力下におけるローラーピッチング疲労試験を実施し、化合物層の結晶構造が γ' 相主体の場合は 100 万回サイクルで化合物層の剥離は発生しないが、 ϵ 相主体では 100 サ

イクルで化合物層の剥離が発生し、この違いは化合物層の結晶構造による破壊靱性の違いと、結晶粒の違いが要因であると示した。

また、森野ら⁽³⁴⁾は表面化合物層の深さが 0, 1, 3 μm の平滑試験片を用いて曲げ疲労試験を実施し、表面化合物層の深さは曲げ疲労限度には影響をおよぼさないが、表面化合物層の深さが深くなるごとに時間強度が増加するとともに、疲労限度近傍の応力で表面化合物層の無い場合は表面起点で破損し、有る場合は内部起点で破損することを明らかにし、表面化合物層にはき裂発生抑制効果が有ることを示した。

これまでに、ポテンシャル窒化処理において表面化合物層を γ' 相とした場合の引張圧縮疲労強度⁽³¹⁾や曲げ疲労強度⁽³²⁾に関する研究は実施されているが、実部品の入力として考慮すべきねじり疲労強度に対する研究が行われていない。

2-3 表面硬化処理品における局所疲労限度推定に関する既往の研究

部品を設計する上で、機械的強度から疲労限度を推定することは重要である。疲労起点の位置が部材の表面か内部か定かでない場合は、局所疲労限度を用いて疲労限度の推定および破損起点を推定するのに有用である。表面硬化処理品においては硬化層深さにより破損起点の位置が表面となるか内部となるか不明のため局所疲労限度を推定する方法を求める必要がある。これまでも、表面硬化処理品の局所疲労限度を推定する方法の研究⁽¹⁴⁾⁽³⁵⁾⁻⁽³⁷⁾がなされてきている。中村⁽³⁵⁾らは、高周波焼入れ処理品の曲げ疲労強度を推定には、残留応力を平均応力と考え、硬さから換算した真破断応力と平滑材の疲労限度を用いて、グッドマン線図に基づき算出した試験片の各位置における局所疲労限度と負荷応力分布の交点から、試験片の疲労限度を算出する方法を提案した。林⁽³⁶⁾らも同様の手法で高周波焼入れ材の曲げ疲労限度推定を行い、高周波焼入深さが浅い場合のみ実験結果と推定値が一致することを示した。菊池ら⁽³⁷⁾は高周波焼入れ材の曲げ疲労限度

を行うため、疲労過程中に開放した残留応力値を用いて、残留応力を平均応力と考え、硬さから換算した真破断応力と平滑材の疲労限度を用いて、修正グッドマン線図に基づき算出した試験片の各位置における局所疲労限度と負荷応力分布から疲労限度を推定した値は実験結果とよく一致することを示した。しかし、窒化処理品のねじり疲労限度に対する局所疲労限度の検討は行われていない。

2-4 本研究の意義および効果

窒化処理による疲労強度向上の機構を調査した研究はあるが、主に拡散層に主眼を置いており、表面化合物層におけるき裂が曲げ疲労強度に及ぼす影響を調査した事例は見当たらない。また、化合物層の結晶構造がねじり疲労強度に及ぼす影響を明らかにした研究はない。エンジンに搭載されるクランクシャフトの製造性向上と高疲労強度化を目指すためには上記2点を明らかにする必要がある。

本研究では、表面化合物層を対象に、化合物層のき裂が曲げ疲労強度に及ぼす影響を実験的に解明した。さらに、曲げ疲労限度上、無害となる最大欠陥寸法を破壊力学的評価法に基づき予測し、予測値と実験値と比較することで、予測方法の妥当性を検証した。

また、表面化合物層の結晶構造が炭素鋼および合金鋼のねじり疲労強度に及ぼす影響を実験的に解明した。さらに、表面から深さ方向への硬さと残留応力の分布から、局所疲労限度を予測する手法を提案し、予測した局所疲労限度と疲労試験時の負荷応力の分布を比較することにより、疲労破壊機構について検証した。局所疲労限度の予測手法を確立することにより、実機の疲労強度の向上にも活用できる。

本研究を通じて、窒化処理における化合物層が疲労強度に及ぼす影響を明らかにすることで、窒化処理された自動車部品の疲労強度および信頼性を向上させることは、車両の軽量化につながり、最終的には温室効果ガス排出量の低減に貢献することが可能となる。

参考文献

- (1) 大黒貴. 塩浴室化処理について. 金属表面技術, 16, p.59-66, (1965).
- (2) 高瀬孝夫. 塩浴による表面硬化について. 金属材料学会誌, 42, p.99-109, (1975).
- (3) 高瀬孝夫. 鋼の表面硬化としての窒化. 鉄と鋼, 66, p.1423-1434, (1980).
- (4) 米村次男. ガス軟窒化における一手法. 電気製鋼, 46, p.227-232, (1975).
- (5) 滝嶋延雄. 最近の窒化処理法. 鉄と鋼, 70, p.492-497, (1984).
- (6) 曾根匠, 山中久彦. 炭素鋼のイオン窒化について. 鉄と鋼, 40, p.908-914, (1976).
- (7) A.S.Korhonen, E.H.Sirvio. A new low pressure plasma nitriding method. Thin Solid Films, 96, p.103-108, (1982).
- (8) A. Alsaran, M. Karakan, A. Çelik, Determination of the optimum conditions for ion nitriding of AISI 5140 steel. Surface and Coatings Technology, 160, p.219-226, (2002).
- (9) 西本明生. プラズマ窒化処理技術の最近の発展. Journal of the Vacuum Society of Japan, 56, p.303-306, (2013).
- (10) 梅田孝彰, 宮部一夫. 窒化ポテンシャル制御を適用した窒化処理の生産技術開発. KOMATSU TECHNICAL REPORT, 60, p17-23, (2014).
- (11) 河田一喜. 窒素を活用した表面改質, 67, p.22-26, (2016).
- (12) S. Hoja, M. Steinbacher, H. W. Zoch, Compound Layer Design for Deep Nitrided Gearings, metals, 10, (2020).
- (13) 喜多清, 松田昭三, 荳野兵衛, 中村宏, 堀川武, 岡崎章三. タフトライド処理した軟鋼（平滑材）の疲労強度とその組織について. 日本金属学会, 37, p.26-32, (1973).
- (14) 浅見克敏, 寺沢正男. タフトライド処理鋼の疲労限度推定に関する一検討（その1）. 材料, 23, p.564-568, (1974).
- (15) 岡崎章三, 中川良治, 中村宏, 鈴木恵. タフトライド処理材の疲労強度. 材料, 29, p.1194-1200, (1980).

- (16) 青山咸恒, 小川一義. ガス軟窒化処理した Cr-Mo 鋼試験片(SCM4) の回転曲げ疲労強度. 材料, 26, p.62-67, (1977).
- (17) T. Bell, D. H. Thomas. Cyclic stressing of gas nitrocarburized low carbon steel. Metallurgical Transactions A, 10, p.79-84, (1979).
- (18) 小林幹和, 桜田徹, 岡部功. ガス軟窒化およびイオン窒化材の疲労強度予測法, 日本機械学会論文集 A 編, 62, p.1132-1139, (1996).
- (19) N. Limodin, Y. Verreman, T. N. Tarfa, Axial fatigue of a gas-nitrided quenched and tempered AISI 4140 steel: effect of nitriding depth. Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct., 26, p.811-82, (2003).
- (20) F. Ashrafizadeh, Influence of plasma and gas nitriding on fatigue resistance of plain carbon (Ck45) steel, Surface and Coatings Technology, 174-175, p.1196-1200, (2003).
- (21) N. Limodin, Y. Verreman, Fatigue strength improvement of a 4140 steel by gas nitriding: Influence of notch severity, Materials Science and Engineering: A, 435-436, p.460-467, (2006).
- (22) I. F. Pariente, M. Guagliano, About the role of residual stresses and surface work hardening on fatigue ΔK_{th} of a nitrided and shot peened low-alloy steel. Surface and Coatings Technology, 202, p. 3072-3080, (2008).
- (23) T. Bell, N. L. Loh. The fatigue characteristics of Plasma Nitrided three Pct Cr-Mo steel. Journal of Heat Treating, 2, p.232-237, (1982).
- (24) J. J. Braam, A. W. J. Gommers, S. V. D. Zwaag, The influence of the nitriding temperature on the fatigue limit of 42CrMo4 and En40B steel. Journal of materials science letters, 16, p.1327-1329, (1997).
- (25) 村井 庸佑, 猿木 勝司, 桑原 正樹, 大林 巧治. ガス軟窒化をした SCM420 鋼の回転曲げ疲労強度特性と化合物層の影響. 東海支部総会講演会講演論文集, 57, p.37-

- 38, (2008).
- (26) A. Celik, S. Karadeniz. Improvement of the fatigue strength of AISI 4140 steel by an ion nitriding process. *Surface and Coatings Thecnology*, 72, p.169-173, (1995).
- (27) K. Genel, M. Demirkol, M. Çapa, Effect of ion nitriding on fatigue behaviour of AISI 4140 steel, *Materials Science and Engineering: A*, 279, p.207-216, (2000).
- (28) 眞喜志 隆, 眞壁 朝敏, 兼城 英夫, 玉城 真司. イオン窒化した低炭素鋼 S15C の疲労破壊機構. *日本機械学会論文集 A 編*, 67, p.899-905, (2001).
- (29) A. Alsaran, M. Karakan, A. Çelik, The investigation of mechanical properties of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel, *Materials Characterization*, 48, p.323-327, (2002).
- (30) S. Y. Sirin, K. Sirin, E. Kaluc, Effect of the ion nitriding surface hardening process on fatigue behavior of AISI 4340 steel. *Mater. Charact*, 59, p.351–358, (2009).
- (31) 高木 眞一, 殿塚 易行, 中村 紀夫, 伊藤 経教. 窒化处理した SCM435 鋼の疲労強度特性に及ぼす表面化合物層の結晶構造の影響. *鉄と鋼*, 104, p.594-601, (2018).
- (32) 平岡 泰, 石田 暁丈, 梅澤 修. ガス窒化处理した SCM435 鋼の回転曲げ疲労強度に及ぼす表面化合物相の影響. *熱処理*, 57, p.64-72, (2017)
- (33) 小林 厚, 前田 晋, 今高 秀樹, 行徳 裕也, 祐谷 将人, 清水 雄一郎, 金山 正男. γ' -Fe₄N 相形成による低炭素合金鋼窒化ギヤの高強度化. *自動車技術論文集*, 45, p.1153-1158, (2014).
- (34) 森野 数博, 皮籠石 紀雄, 深田 一徳, 王 清遠, 近藤 英二. ラジカル窒化した SNCM439 鋼の疲労強度に及ぼす化合物層の影響. *日本機械学会論文集 A 編*, 69, p.1490-1496, (2003).
- (35) 中村 宏, 星野 次郎, 高橋 秀雄. 高周波焼入れした大形圧入材の疲れ強さ. *日本機械学会論文集*, 31, p.1447-1453, (1965).

- (36) 林 建吉, 夏目 喜孝. 高周波焼入材の疲労強度に及ぼす硬化深さ, および残留応力の影響. 材料, 18, p.1100-1105, (1969).
- (37) 菊池 将一, 矢倉 亮太, 藤綱 宣之, 高岡 宏行, 池上 智紀, 松田 真理子, 三浦 拓, 上野 明, 酒井 達雄. 高纯净度化した低合金鍛鋼 40CrMo8 の超高サイクル疲労特性に及ぼす高周波焼入れの影響. 材料, 66, p.893-899, (2017).

第 3 章 炭 素 鋼 軟 窒 化 処 理 材 の 疲 労 限 度 に 対 す る き 裂 状 表 面 欠 陥 の 影 響

3-1 緒言

現在，エンジンに使用される構成部品の一つであるクランクシャフトには疲労限度，耐摩耗性，および製造性から軟室化处理が施されている。軟室化处理は熱処理温度が変態点以下であるため，熱処理ひずみが小さいというメリットを有している。しかし，クランクシャフト (Fig.1-4) のように大型で複雑形状の部品に適用すると寸法調整が必要となる曲りが発生してしまうことがある。寸法調整が必要な曲りが発生した場合は，修正するために曲げ矯正を実施するが，矯正量を大きくすると表面化合物層にき裂が生じるため矯正量を大きくできず，軟室化による曲りが大きすぎるものは寸法内に修正しきれないため廃棄となってしまう。

これまでの研究⁽¹⁾⁽²⁾で，鉄鋼材料において最大許容き裂寸法 (a_c) 以下のき裂は疲労限度の低下を発生させないことがわかっている。軟室化材においても a_c を明確にできれば，曲げ矯正により発生する表面き裂を a_c まで許容できるようになるため，曲げ矯正量を拡大可能となる。これにより修正可能範囲が拡大するため廃棄率の低減につながる。

そこで本研究では，室化处理した JIS-S50C の平面曲げ試験片を作製し，最小断面部に4水準の半円スリットを導入後，応力比 -1 の条件で平面曲げ疲労試験を実施した。さらに，曲げ疲労強度に影響を及ぼさない最大許容き裂寸法 (a_c) を破壊力学的評価法に基づき予測し，予測値と実験値と比較することで，予測方法の妥当性を検証した。

3-2 実験方法

3-2-1 供試材および試験片

供試品には Table 3-1 に示す化学組成の JIS-S50C (炭素鋼) を用いて，Fig.3-1 に示す工程で試験片を作製した。まず，鋼材を大気中にて 1123 K で焼入れし，その後 873 K

にて焼戻しを行った。熱処理後に Fig. 3-2 (a) に示すような形状の平面曲げ疲労試験片に加工した。試験片は、幅 30 mm、長さ 90 mm、厚さ 3 mm で試験片中央に最大曲げ応力が負荷されるような形状となっている。試験片加工後、858 K で軟窒化処理を行った後、表面にき裂状表面欠陥を導入することを目的として Fig. 3-2 (b) に示すような半円スリットを放電加工により導入した。半円スリットの深さ a は、0, 0.040, 0.075 および 0.100 mm の 4 種類であり、試験片の最小断面部の表面に、長手方向に対して垂直に導入されている。また、スリット幅 w は 0.030 mm である。

Table 3-1. Chemical composition of JIS-S50C (wt %).

C	Si	Mn	P	S	Cr
0.54	0.26	0.78	0.019	0.017	0.12

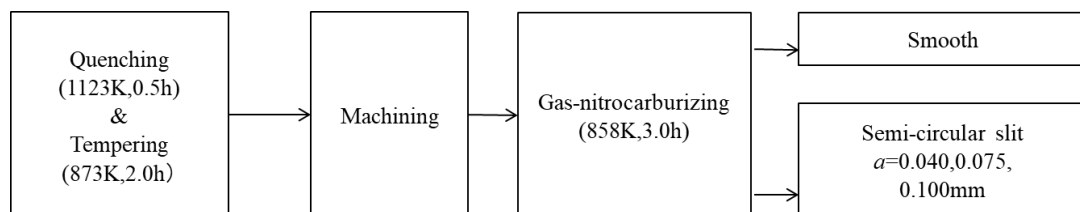


Fig.3-1 Flowchart of specimen preparation.

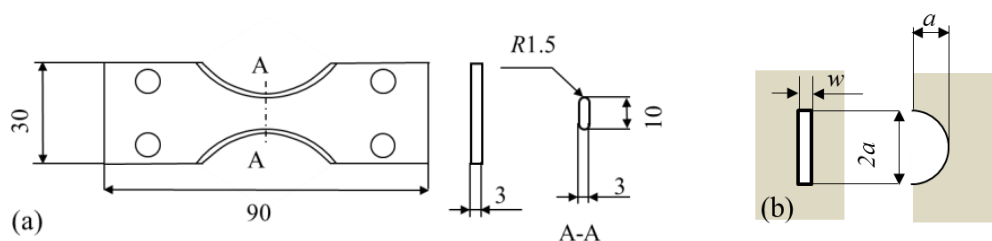


Fig.3-2 (a) Shape and dimension of specimen. (b) Shape of semi-circular slit.

3-2-2 材質評価方法

マイクロビッカース硬さ試験機 (FM-300, 株式会社フューチャテック) を用いて、鏡面仕上げした試験片の断面において、表面から深さ方向の硬さ分布測定を実施した。押し込み荷重は、化合物層および拡散層において、それぞれ 0.25 N および 0.97 N とした。保持時間は 10 s とした。

残留応力分布は、微小部 X 線残留応力測定装置 (AutoMATE II, 株式会社リガク) を用いて、電解研磨と測定を繰り返すことにより、表面から深さ方向に測定した。測定条件を Table 3-2 に示した。なお田中ら⁽³⁾の実験を参考に、化合物層は ϵ 相 (六方細密充填) の 103 回折を用い、拡散層は α -Fe の 211 回折を用いた。また、 ϵ 相および α -Fe 相の応力定数は、それぞれ -611 MPa/deg および -318 MPa/deg である。

試料断面を鏡面研磨後に、ナイタールでエッチングした後、光学顕微鏡 (GX51, オリンパス株式会社) を用いて組織観察を行った。

Table 3-2. Residual stress measurement conditions.

	ϵ -Fe ₃ N	α -Fe
Characteristic X-ray	Cr-K α	
Diffraction plane	211	103
Diffraction angle (deg)	156.4	134-137
Diameter of incident collimator (mm)	ϕ 1.0	
Tube voltage (kV)	30	
Tube current (mA)	30	

3-2-3 疲労試験方法

Fig. 3-2 に示した試験片を用いて、室温大気中で平面曲げ疲労試験を行った。疲労試験には平面曲げ疲労試験機（PBF-60, 株式会社東京衡機）を使用し、負荷条件は応力比 $R=-1$ 、繰り返し周波数 f は 25 Hz、応力波形は正弦波である。また、応力は試験片の最小断面部の表面における公称応力である。疲労試験は 1×10^7 回の繰り返しの耐えた最大の応力振幅を疲労限度と定義した。試験片の破面観察には走査線電子顕微鏡（SEM: S-3700N, 株式会社日立ハイテク）および実体顕微鏡（VHX-1000, 株式会社キーエンス）にて行った。

3-3 実験結果

3-3-1 試験片性状

試験片の窒化硬化層の特性を Table 3-3 に示す。また、試験片最小断面部の断面組織を Fig.3-3 に示す。これより、表面には厚さ 0.033 mm 程度の化合物層が形成されており、さらに化合物層表面には 0.015 mm 程度のポーラス層が形成されていた。また、化合物層硬さは 724 HV であり、拡散層の最高硬さは 374 HV であった。Fig.3-4 に示した硬さ分布の測定結果より拡散層深さは約 0.8 mm であった。

Fig.3-5 に残留応力分布の測定結果を示す。表面のポーラス層は測定が困難なため、それを除去した位置から残留応力の測定を行った。最大の圧縮残留応力は化合物表面で最大となり 300 MPa 程度となっており、化合物層と拡散層の界面である表面から 0.03～0.04 mm の位置で圧縮残留応力は急激に減衰していた。さらに、表面から 0.05 mm より深い位置で圧縮残留応力は徐々に減衰していた。

Table 3-3. Characteristics of surface hardened part.

Compound layer depth (mm)	0.033
Compound layer hardness (HV0.025)	724
Diffusion layer maximum hardness (HV0.1)	374
Diffusion layer depth (mm)	0.8

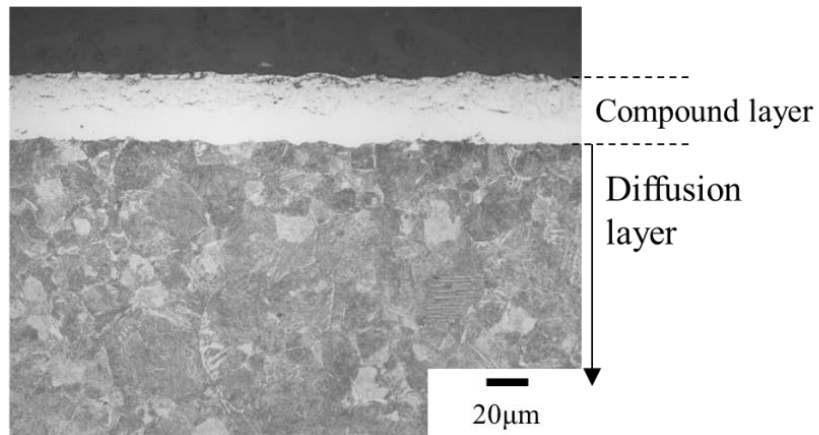


Fig.3-3 Microstructure of the test specimen.

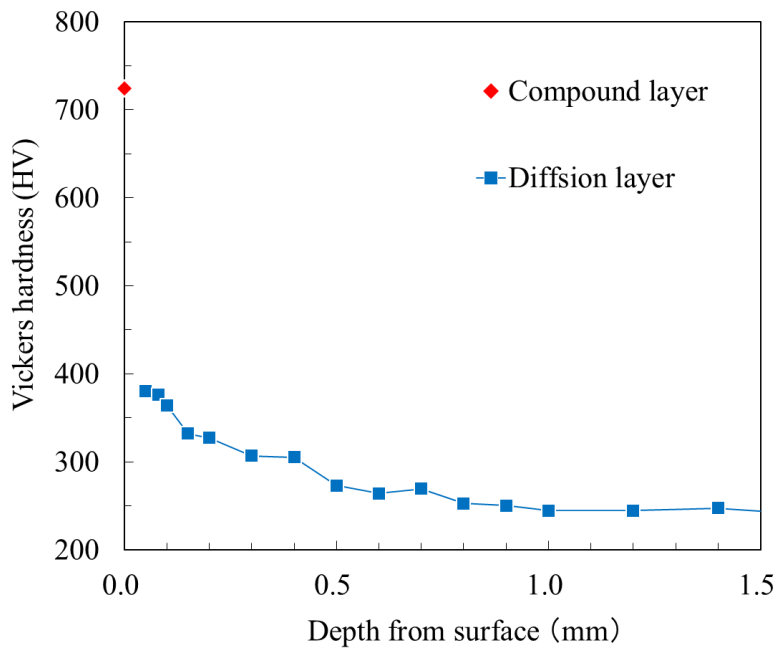


Fig.3-4 Vickers hardness of the compound and diffusion layers.

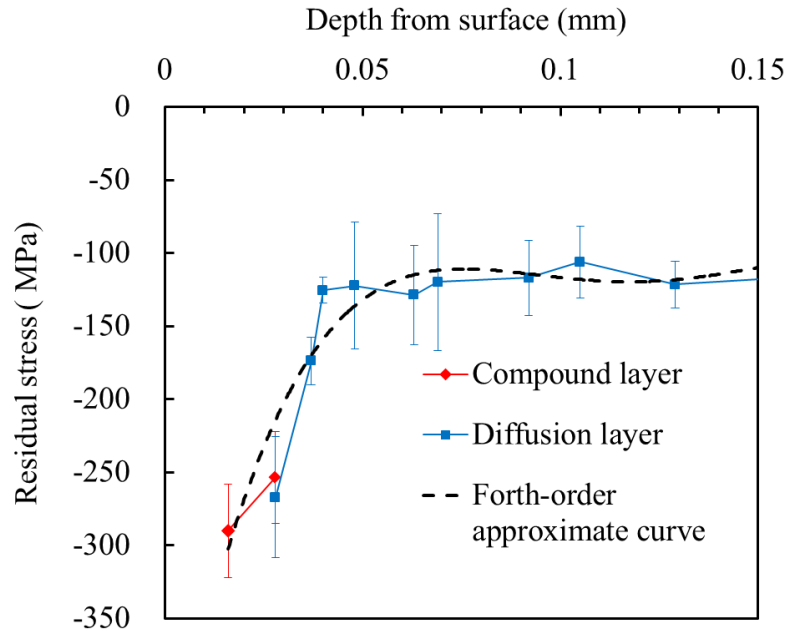


Fig.3-5 Residual stress distributions and fourth-order polynomial fitting curve.

3-3-2 疲労試験結果

Fig.3-6 に各試験片の S-N 曲線を示し、Fig. 3-7 に負荷応力と半円スリット深さの関係を示す。Fig.3-7 の■と◆の記号は、それぞれ折損と 10^7 回で未破断であったことを示している。未破断の試験片において最大の応力振幅が疲労限度に相当している。また、Table 3-4 に各試験片の疲労限度を示す。平滑材の疲労限度は 620 MPa であり、各スリット材の疲労限度は 0.040 mm スリット材で 610 MPa, 0.075 mm スリット材で 509 MPa, 0.100 mm スリット材は 502 MPa であった。また、平滑材の曲げ疲労限度からの低下率は 0.040 mm スリット材で 8 %, 0.075 mm スリット材で 23 %, 0.100 mm スリット材は 25 %であり、半円スリット材の疲労限度はスリット深さの増加とともに低下することが分かった。

Fig. 3-8 に疲労試験後試験片のき裂観察結果を示す。疲労限度が低下したスリット深

さが 0.040 mm, 0.075 mm, 0.100 mm の試験片は疲労限度近傍の応力での破壊起点は、すべてスリットからであることが確認された。疲労試験の結果と破面観察の結果より本研究で用いた材料の曲げ疲労限度に影響を及ぼさない最大許容き裂寸法 (a_c) は 0.040mm 以下であることが確認された。

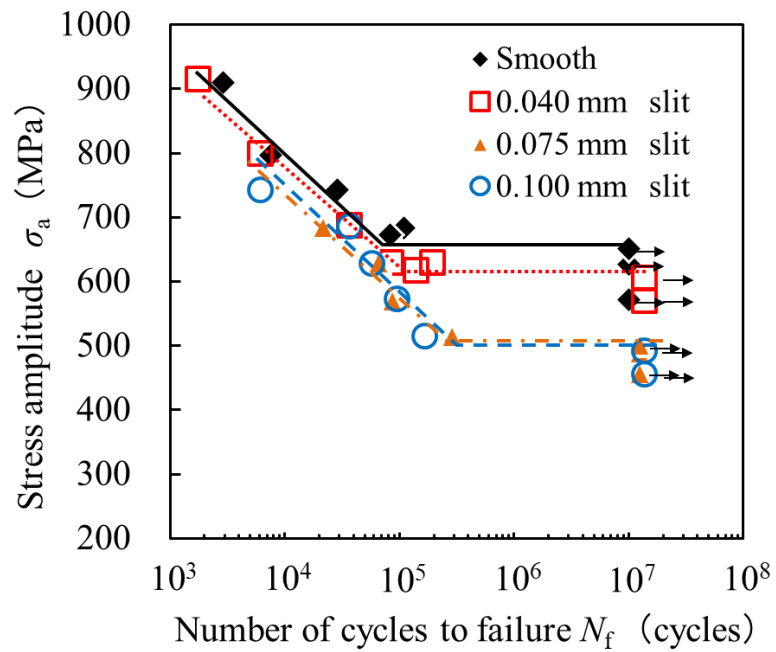


Fig.3-6 S-N diagram.

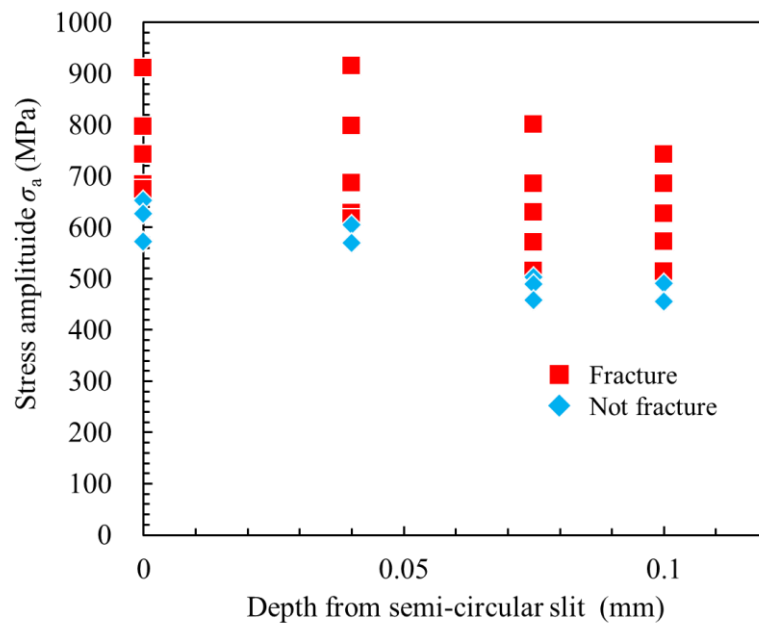


Fig. 3-7 Stress amplitude as a function of depth of semi-circle slit.

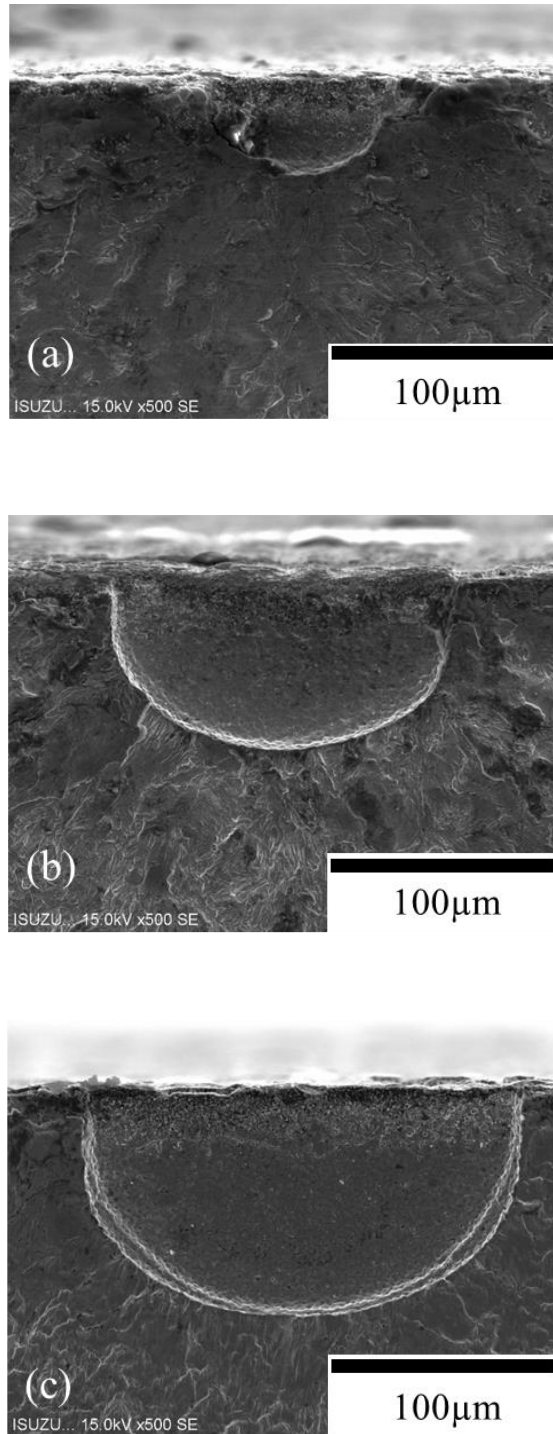


Fig. 3-8 Typical fracture surface of specimen with a semi-circular slit.

(a) $a = 0.040$ mm, $N_f = 141800$; (b) $a = 0.075$ mm, $N_f = 88200$;

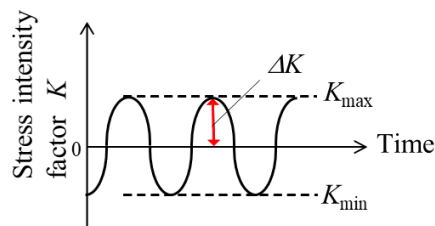
(c) $a = 0.100$ mm, $N_f = 96900$.

3-4 窒化処理材における疲労限度に影響を及ぼさない最大許容き裂寸法の考察

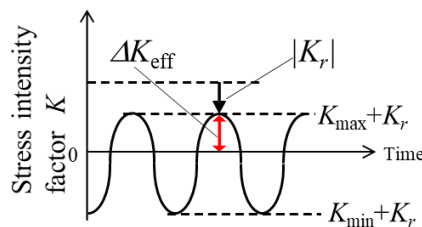
3-4-1 疲労限度とき裂深さの検討

曲り直し限界範囲を拡大するためには、疲労限度に影響を及ぼさない最大許容き裂寸法 (a_c) を解明することが必要であるため、半円スリットを半円き裂と等価と考え、き裂深さと応力拡大係数の関係について破壊力学的検討を行った。また、本研究においては化合物層と拡散層のヤング率がそれぞれ 212 GPa と 230 GPa であり⁽⁴⁾差が無いことから化合物層と拡散層を均一材料として扱った。Fig. 3-9 (a) は残留応力がない場合、Fig. 3-9 (b) は圧縮残留応力が作用した場合の応力拡大係数範囲 ΔK の定義を示している。本研究において、応力拡大係数の正の値が疲労き裂の伝播に寄与すると考え、最大負荷応力による応力拡大係数 K_{\max} と残留応力による応力拡大係数 K_r を用いてスリット先端の見かけの有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} を式 (3-1) により計算した⁽⁵⁾。

$$\Delta K_{\text{eff}} = K_{\max} + K_r \quad (3-1)$$



(a) Stress intensity factor range by applied stress, ΔK



(b) Effective stress intensity factor range, ΔK_{eff}

Fig.3-9 Effective stress intensity factor range ΔK_{eff} .

本試験では応力比が-1 であるため K_{\max} は曲げによる最大作用応力 σ_{\max} における応力拡大係数、 K_r は残留応力における応力拡大係数とした。ここで、圧縮残留応力場で K_r は負の値となる。 K_{\max} は Newman-Raju の式⁽⁶⁾を用いて評価した。 K_{\max} 評価時の負荷応力については、平滑材の疲労限度に相当する負荷応力 $\sigma_{\max}=662 \text{ MPa}$ を用いた。残留応力による応力拡大係数 K_r は圧縮応力場において負の値を示す。残留応力による応力拡大係数 K_r の計算式には、米国石油協会の API-RP579⁽⁷⁾ に規定された式を用いて、圧縮残留応力分布から 4 次多項式により計算した。半楕円き裂の K_r は次のように示される。

$$K_r = [G_0\sigma_0 + G_1\sigma_1\left(\frac{a}{t}\right) + G_2\sigma_2\left(\frac{a}{t}\right)^2 + G_3\sigma_3\left(\frac{a}{t}\right)^3 + G_4\sigma_4\left(\frac{a}{t}\right)^4] \sqrt{\frac{\pi a}{Q}} f_w \quad (3-2)$$

$$Q = 1 + 1.464\left(\frac{a}{c}\right)^{1.65} \quad (3-3)$$

$$f_w = \left[\sec\left(\frac{\pi c}{2W}\right) \sqrt{\frac{a}{t}} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (3-4)$$

式 (3-2) において、 G_0 から G_4 は API-RP579 による応力拡大係数の半円き裂に対する補正係数を表している。 a 及び c はそれぞれ半円き裂の深さと半径を表し、 t と W は試験部の厚さと半幅を表している (Fig.3-10)。補正係数である σ_0 から σ_4 は次式 (3-5) を用いて残留応力分布を 4 次多項式近似した結果から得られる値である。

$$\sigma(x) = \sigma_0 + \sigma_1\left(\frac{x}{t}\right) + \sigma_2\left(\frac{x}{t}\right)^2 + \sigma_3\left(\frac{x}{t}\right)^3 + \sigma_4\left(\frac{x}{t}\right)^4 \quad (3-5)$$

ここで x は試験片の表面からの深さを表している。

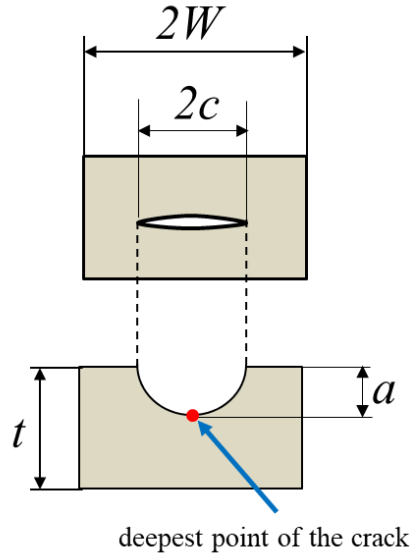


Fig.3-10 Schematic diagram of a semicircular crack.

Fig.3-11 は ΔK_{eff} , K_{max} , K_r および下限界有効応力拡大係数範囲 $\Delta K_{\text{eff,th}}$ としき裂深さ a の関係を示す。応力拡大係数はき裂前縁の位置により変化する値である。本研究において ΔK_{eff} の値はき裂最深部で最大となっていたため、Fig.3-11 における ΔK_{eff} の値はき裂最深部の値となっている。また、鉄鋼における下限界応力拡大係数範囲 $\Delta K_{\text{eff,th}}$ の値は Liaw ら⁽⁷⁾ により $3.0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ と示されており、本研究でも下限界応力拡大係数範囲 $\Delta K_{\text{eff,th}}$ の値は $3.0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ とした。

ΔK_{eff} が $\Delta K_{\text{eff,th}}$ より小さい値の時にき裂は進展しないので、 ΔK_{eff} が $\Delta K_{\text{eff,th}}$ より小さい値となるき裂深さ (a) の範囲は疲労限度に影響を与えない無害なき裂と判断できる。そのため、 ΔK_{eff} と $\Delta K_{\text{eff,th}}$ の交点が a_c となる。Fig. 3-11 より a_c の値は 0.037 mm と推定できる。これは、 $a = 0.040 \text{ mm}$ 以上の表面欠陥により疲労限度が低下した実験結果と一致している。

Fig.3-5 より化合物層は拡散層よりも大きな圧縮残留応力が導入されているため、化合物層範囲における ΔK_{eff} を小さくできる。これにより、化合物層範囲のき裂先端で発生する ΔK_{eff} が $\Delta K_{\text{eff,th}}$ より小さくなりき裂が停留するため、化合物層深さより浅いき裂

は疲労限度に影響を与えない許容欠陥となると判断できる。 a_c の値を大きくするには、 ΔK_{eff} を小さくすることが有効であるため、化合物層の圧縮残留応力を大きくするか、より圧縮残留応力の大きい範囲を深くすることが効果的であると考える。

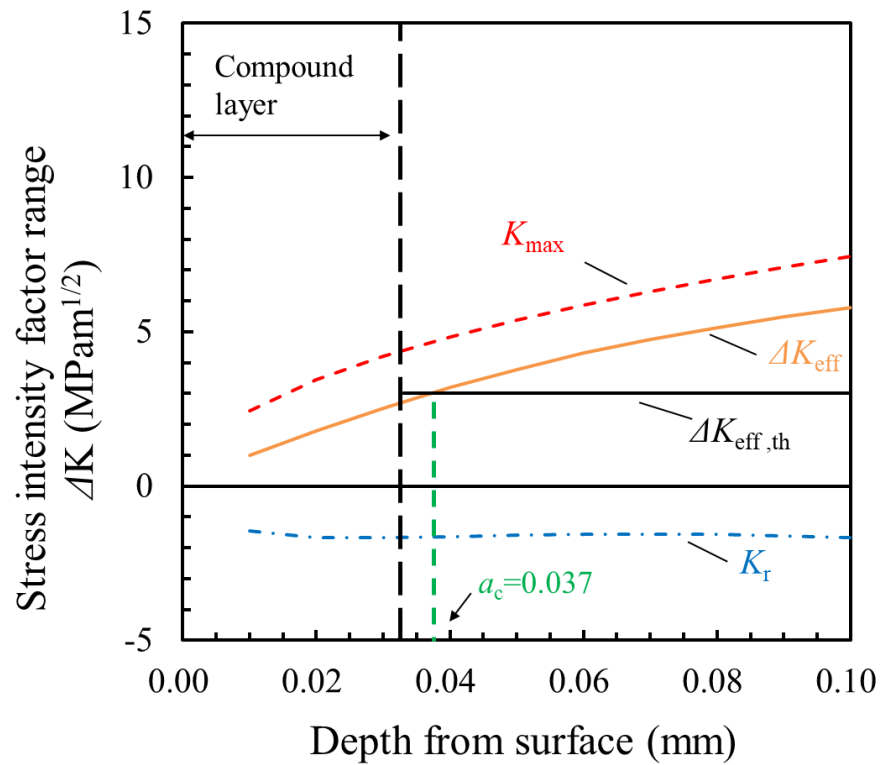


Fig.3-11 Estimation of acceptable defect size.

3-5 結言

軟窒化処理材の表面欠陥が疲労強度に及ぼす影響を明らかにするために、軟窒化処理した S50C に表面欠陥を模擬した半円スリットを放電加工により導入した試験片を用いて、疲労試験を実施し、スリット寸法と疲労限度の関係および疲労限度に影響を及ぼさない許容欠陥寸法を調査した。さらに、疲労限度に影響を及ぼさない最大許容き裂寸法 (a_c) を破壊力学的に基づいて予測した。

以下に本章で得られた知見を記す。

- (1) 疲労試験の結果および、破面観察より本研究で用いた a_c は 0.040 mm 以下の寸法であることがわかった。
- (2) a_c の値を破壊力学に基づき検討した結果、0.037 mm となり、試験結果と整合していることがわかった。
- (3) 本研究に用いた試験片の表面化合物層深さが 0.033 mm であり、 a_c の値は 0.037 mm であったことより、表面化合物層深さと同等のき裂は疲労限度に影響を及ぼさないことがわかった。
- (4) a_c を大きくするには、圧縮残留応力値を大きくする、もしくは大きな圧縮残留応力が導入されている範囲をより深い位置にすることが効果的である。
- (5) 表面化合物層深さと同等のき裂は曲げ疲労限度に影響を及ぼさないことより、クラックシャフトの曲げ矯正範囲を従来よりも拡大することが可能となり、製造性が向上する。

参考文献

- (1) 北川 英夫, 高橋 進. 微小な疲労き裂の成長とその下限界条件に関する破壊力学的研究. 日本機械学会論文集 A 編, 45, p.1289–303, (1997).
- (2) Y, Murakami. Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions (Amsterdam: Elsevier), p.35–55, (2002).
- (3) 田中 啓介, 顧 青萍, 御厨 照明, 秋庭 義明. ガス軟窒化鋼の X 線残留応力測定. 日本機械学会論文集 A 編, 62, p. 2734-2740, (1996).
- (4) 平岡 泰, 石田 暁丈, 梅澤 修. ガス窒化処理した SCM435 鋼の回転曲げ疲労強度に及ぼす表面化合物相の影響. 熱処理, 57, p.64-72, (2017).
- (5) 高橋 宏治, 林 卓見, 安藤 柱, 高橋 文雄. ショットピーニングにより無害化可能な表面欠陥寸法の破壊力学的評価. ばね論文集, 2010, P.25–30, (2010).
- (6) Newman Jr J C, Raju I S. An empirical stress-intensity factor equation for the surface crack. *Eng. Fract. Mech.*, 15, P.185–192, (1981).
- (7) American Petroleum Institute 2000 Recommended practice 579, fitness for service p C3
- (8) Liaw P K, Lea T R and Logsdon W A. Near-threshold fatigue crack growth behavior in metals. *Acta Metal.*, 31, p.1581–1587, (1983).

第4章 炭素鋼 S50C のねじり疲労強度に及ぼす表面化合物層の結晶構造の影響

4-1 緒言

商用車の軽量化を進めるために、構成部品の高強度化が求められている。そのため、エンジンを構成する部品の一つであるクランクシャフトにも高強度化が求められている。現在、クランクシャフトは曲げ疲労強度、ねじり疲労強度、耐摩耗性および製造性の観点から炭素鋼にガス軟窒化処理を実施し製造している。高強度化に対応するにも、現状必要とされる特性を満足できる表面硬化処理が求められている。

近年、ガス窒化処理炉中の水素濃度を調整することにより、窒化ポテンシャルを制御⁽¹⁾することが可能となり、表面化合物層の結晶構造を γ' 相（面心立方構造, Fe_4N ）主体や ϵ 相（六方最密構造, $\text{Fe}_{2.3}\text{N}$ ）主体に選択することが可能となった。表面化合物層の結晶構造を γ' 相主体とすることで、 ϵ 相主体のものに比べて、合金鋼の曲げ⁽²⁾や引張圧縮⁽³⁾の疲労強度が向上することや、面圧疲労強度⁽⁴⁾が向上することが明らかにされている。現在、クランクシャフトは、ガス軟窒化処理により形成された ϵ 相主体の表面化合物層を有しており、高強度化を検討するためには、ポテンシャル制御窒化により形成された γ' 相主体の化合物層を有する炭素鋼のねじり疲労強度を明らかにすることが望まれる。

本章において、表面化合物層の結晶構造の違いが炭素鋼のねじり疲労強度に及ぼす影響を明らかにすることを目的とする。そのために、ガス軟窒化処理およびポテンシャル制御窒化により、表面化合物層の結晶構造 ϵ 相主体または γ' 相主体とした炭素鋼(JIS-S50C) のねじり疲労強度の評価を行った。さらに、疲労強度への影響因子として残留応力と硬さに着目し、疲労試験前後におけるそれらの変化を調査するとともに、表面から深さ方向への硬さと残留応力の分布から予測した局所疲労限度の分布と疲労試験時の負荷応力分布を比較することで、疲労破壊機構について考察した。

4-2 実験方法

4-2-1 供試材

本研究では Table 4-1 に示す化学組成の JIS-S50C（炭素鋼）を用いて、Fig.4-1 で示す工程で試験片を作製した。調質処理として、1103 K 加熱後に焼入れし、893 K で焼戻しを実施し、硬さは 250 HV 程度であった。その後 Fig.4-2 に示す試験部の直径が 5 mm の平滑試験片に加工した。

Table 4-1. Chemical composition of JIS-S50C (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.47	0.26	0.85	0.02	0.01	0.02	0.11

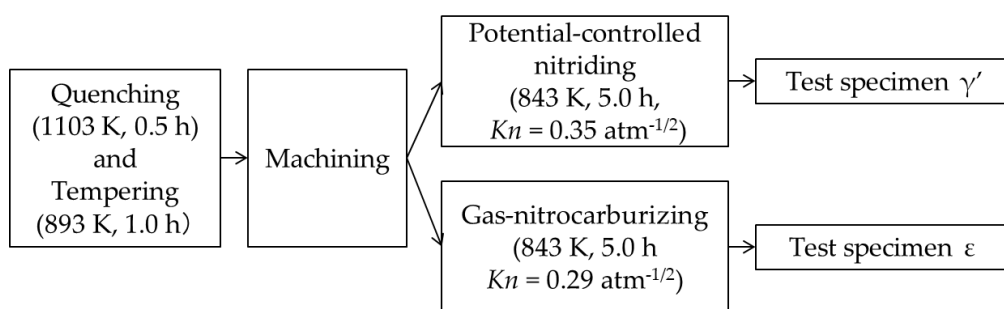


Fig. 4-1 Flowchart of specimen preparation, two types of specimens were prepared.

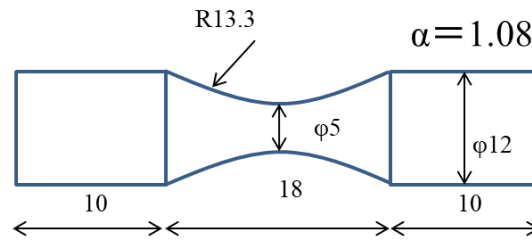


Fig. 4-2 Shape of torsional fatigue test specimen, dimensions in mm.

4-2-2 ポテンシャル制御窒化処理およびガス軟窒化処理

水素センサーにより窒化ポテンシャル (Kn) を制御できるピット型炉を用いた。ポテンシャル制御窒化処理およびガス軟窒化処理後空冷し、それぞれの結晶構造が γ' 相主体および ϵ 相となるような化合物層を得た。ポテンシャル制御窒化処理では Kn を $0.35 \text{ atm}^{-1/2}$ 、ガス軟窒化処理では Kn を $0.29 \text{ atm}^{-1/2}$ とした。

4-2-3 試験片の材質特性

マイクロビッカース硬さ試験機 (FM-300, 株式会社フューチャテック) を用いて、鏡面仕上げした試験片の断面において、表面から深さ方向の硬さ分布測定を実施した。押し込み荷重は、化合物層および拡散層において、それぞれ 0.25 N および 0.97 N とした。保持時間は 10 s とした。

残留応力測定は、微小部 X 線残留応力測定装置 (AutoMATE II, 株式会社リガク) を用いて $\sin^2\psi$ 法で行った。電解研磨と測定を繰り返すことにより、残留応力の深さ方向の分布を測定した。Table 4-2 に残留応力の測定条件を示す。田中ら⁽⁵⁾の研究を参考に、化合物層では ϵ 相の 103 回折と γ' 相の 220 回折、拡散層では $\alpha\text{-Fe}$ (フェライト) 相の 211 回折で測定を行った。 ϵ 相および $\alpha\text{-Fe}$ 相の応力定数として、それぞれ -611 MPa/deg および -318 MPa/deg を用いた。 γ' 相については応力定数が不明のため ϵ 相と同じ値を用いた。電解研磨によって生じる残留応力の再分配の補正は行っていない。

試料断面を鏡面研磨後に、ナイタールでエッチングした後、光学顕微鏡（GX51,オリ
ンパス株式会社）を用いて組織観察を行った。化合物層の γ' 相と ϵ 相の相同定には
SEM(Scanning Electron Microscope) - Electron Back Scattered Diffraction (EBSD:
NordlysNano, Oxford Instruments.) を用いた。触針式表面粗さ測定器（SV-600,株式会社ミ
ツトヨ）を用いて、試験片長手方向の表面粗さを測定した。

Table 4-2. Residual stress measurement conditions.

	ϵ -Fe _{2.3} N	γ' -Fe ₄ N	α -Fe
Characteristic X-ray	Cr-K α		
Collimator [mm]	Φ 1.0		
Diffraction plane	103	220	221
Diffraction angle (deg)	156.4	156.4	134-137
Stress constant (MPa/deg)	-611	-611	-318
Tube voltage (kV)	30		
Tube current (mA)	30		

4-2-4 疲労試験

ねじり疲労試験機 (PBF-60, 株式会社東京衡機) を用いて, ねじり疲労試験を行った。負荷条件は応力比 $R=-1$, 繰返し周波数 25 Hz である。また, ねじり応力は試験片の最小断面部の表面における公称応力である。10⁷ 回の繰返しに耐えた最大の応力振幅をねじり疲労限度と定義した。試験片の破面観察は実体顕微鏡 (VHX-1000, 株式会社キーエンス) および走査型電子顕微鏡 (SEM: S-3700N, 株式会社日立ハイテク) を用いて行った。

4-3 試験結果

4-3-1 化合物層の結晶構造と表面粗さ

各試験片の断面組織と化合物層における相の同定結果を Fig.4-3 に示す。試験片 γ' と試験片 ϵ では, 表面にそれぞれ約 0.008 mm と 0.009 mm の化合物層が形成されており, ほぼ同等の厚さであった。化合物層の結晶構造は, それぞれ, γ' 相および ϵ 相主体となっており, 目的とした結晶構造であった。また, 結晶粒において, 試験片 γ' は 2 μm 以下の微細な等軸結晶粒であった。試験片 ϵ も試験片 γ' と同様に多くの結晶粒が 2 μm 以下の微細な等軸結晶粒であり, 一部拡散層との界面に長さが 3 μm 程度の柱状結晶粒が認められた。

ねじり試験片の試験部表面における算術平均粗さ Ra は, 試験片 γ' において $Ra=2.1 \mu\text{m}$, 試験片 ϵ において $Ra=2.0 \mu\text{m}$ であり, 同等であった。

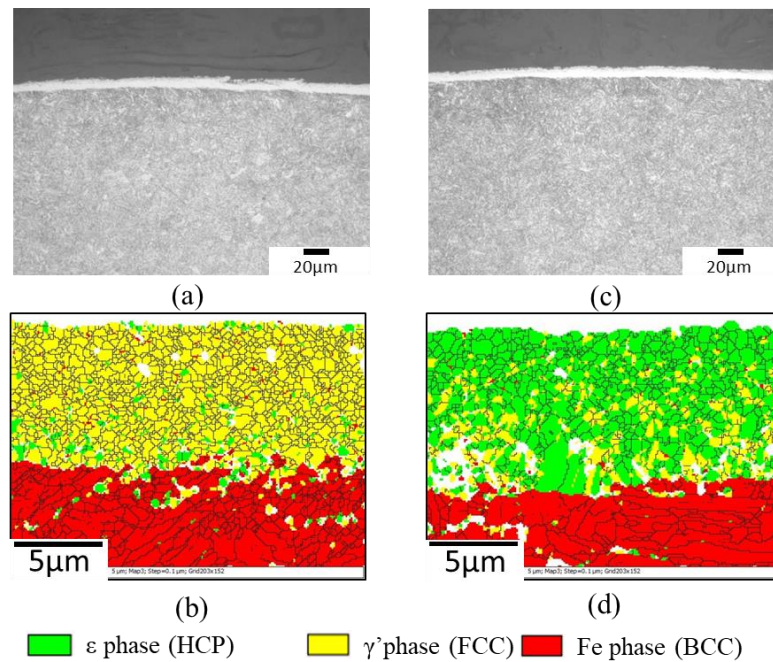


Fig. 4-3 Cross-sectional microstructures of surface compound layer of each test specimen. :Upper shows micro structure and lower shows phase map by SEM-EBSD. a), b) show γ' , and c), d) show ϵ .

4-3-2 疲労試験結果

ねじり疲労試験結果として S-N 線図を Fig.4-4 に示す。試験片 γ' と ϵ の S-N 線図を比べると、試験片 γ' のねじり疲労限度は 545 MPa であり、試験片 ϵ のねじり疲労限度 528 MPa よりも約 3 % 大きかった。

S50C の両試験片ともに 10^5 回近傍に折れ点を持ち、 10^6 回以上では破断が認められなかった。S50C の試験片 γ' の時間強度は試験片 ϵ のそれに比べ優れていた。この傾向は、窒化された SCM435 の回転曲げ疲労試験⁽²⁾、引張圧縮疲労試験⁽³⁾の結果と同様であった。

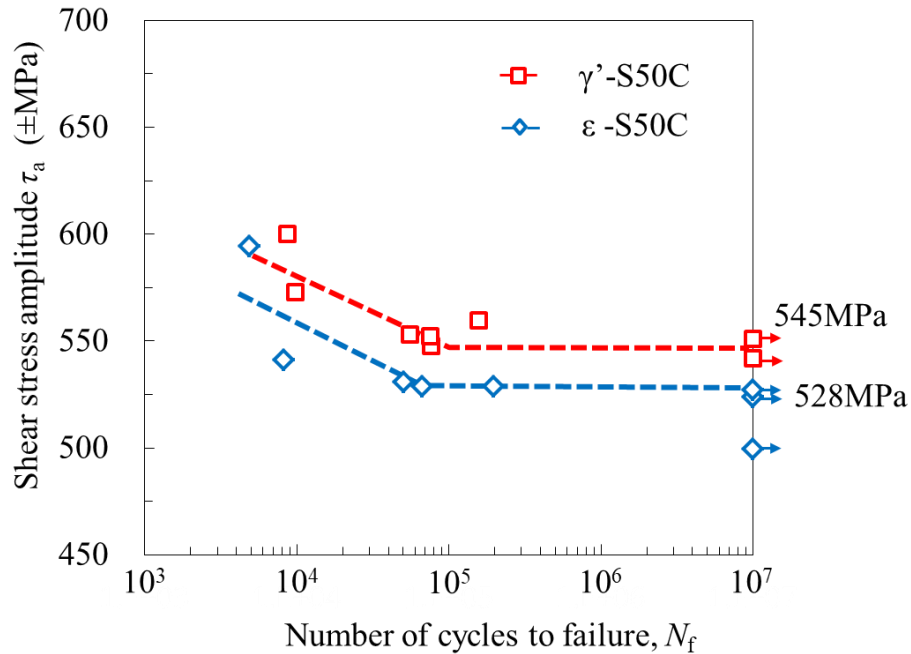


Fig. 4-4 S-N diagram of torsional fatigue test.

4-3-3 疲労き裂および破面観察

Fig.4-5 に、疲労試験を行った後の試験片の破損形態を示す。Fig.4-5 (a) より試験片 γ' は、初期の疲労き裂発生、進展はせん断型 (Mode II) であり、主応力方向にき裂が分岐した後、引張り型 (Mode I) で進展した。一方、Fig.4-5 (b) より試験片 ϵ は引張り型 (Mode I) でき裂が発生、進展しており、せん断型 (Mode II) き裂は認められなかった。Fig.4-5(c) はき裂進展と負荷応力の関係を示している。表面化合物層の違いでねじり疲労の破損形態が異なっていた。Fig.4-6 に疲労限度で非破断であった試験片の縦断面の組織を示す。Fig.4-6 (a) のように試験片 γ' では化合物層に停留き裂が認められなかったが、Fig.4-6 (b) のように試験片 ϵ では、化合物層と拡散層の界面で進展が止まっている停留き裂が認められた。

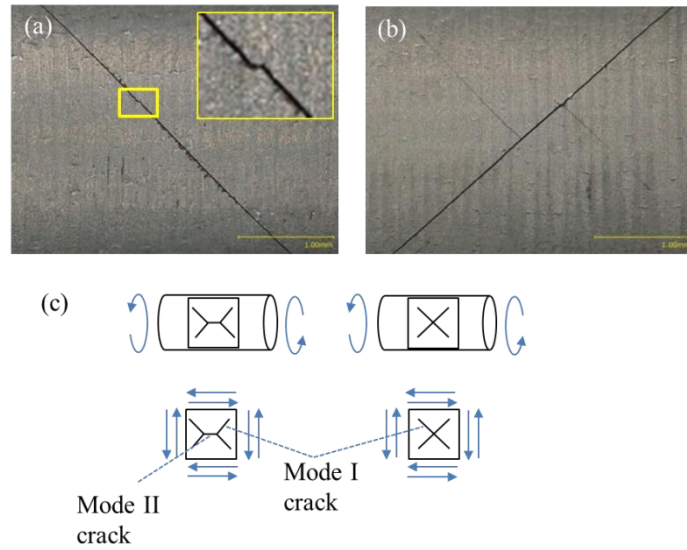


Fig. 4-5 Surface crack shape of each test specimen : (a) γ' ($\sigma_a = 560 \text{ MPa}$ $N_f = 1.6 \times 10^5$); (b) ϵ ($\sigma_a = 531 \text{ MPa}$ $N_f = 5.0 \times 10^4$); and, (c) image of applied stress and crack path

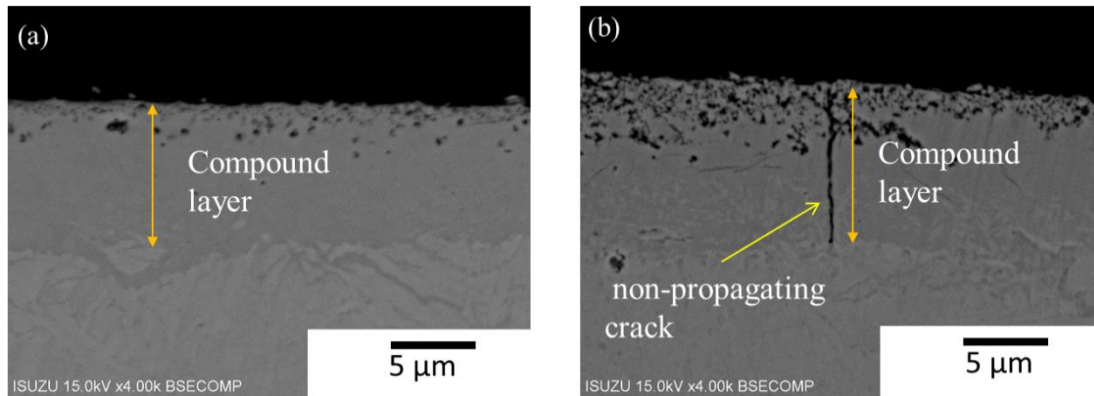


Fig. 4-6 Cross-sectional structure of each test specimen near surface after fatigue test at fatigue limit stress: (a) γ' ($\sigma_a = 551 \text{ MPa}$ $N_f = 1.0 \times 10^7$); (b) ϵ ($\sigma_a = 524 \text{ MPa}$ $N_f = 1.0 \times 10^7$)

Fig.4-7 に, S-N 線図の折れ点以上の回数で折損した応力において破損した試験片の破

面の SEM による観察結果を示す。Fig.4-7 (a) より，試験片 γ' では化合物層と拡散層の界面の拡散層側が疲労き裂の発生起点となっていたが，Fig.4-7 (b) より試験片 ϵ では化合物層表面が疲労き裂の発生起点となっていることが確認された。この破損形態の違いの理由は，以下で述べるように化合物層の破壊靱性の差⁽²⁾に起因すると推定する。

化合物層の結晶構造により，Fig. 4-5 に示したように破壊形態が異なったため，破壊メカニズムを Fig.4-8 に示すように推定した。平岡ら⁽²⁾により ϵ 相の破壊靱性は γ' 相より小さく， ϵ 相は γ' 相より低い応力の負荷で割れることが示されている。Fig. 4-8 (a) に示すように γ' 相主体の試験片では，化合物層と拡散層の界面の拡散層側近傍において，せん断応力により疲労き裂が発生し，一般的な鉄鋼材料のねじり疲労挙動と同様に，き裂はせん断で進展した後に分岐し，主応力方向に対して垂直に進展し破断に至ったと考えられる。一方， ϵ 相主体の試験片では Fig. 4-8 (b) に示すように，化合物層に引張応力により割れが発生し，その割れを初期き裂として，主応力方向に対して垂直にき裂が進展し破断に至ったと考えられる。

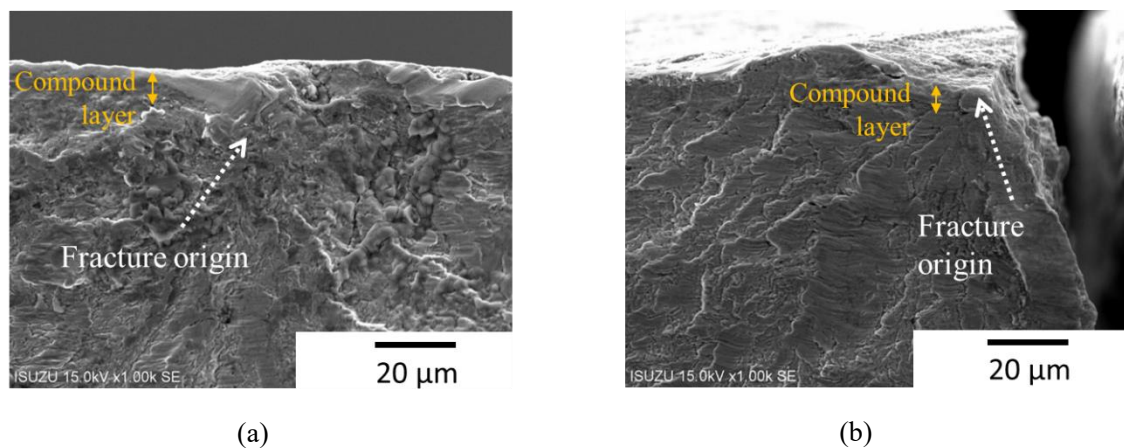


Fig. 4-7 Fracture surface of a specimen broken near the fatigue limit : (a) γ' ($\sigma_a = 560 \text{ MPa}$ $N_f = 1.6 \times 10^5$); (b) ϵ ($\sigma_a = 531 \text{ MPa}$ $N_f = 5.0 \times 10^4$)

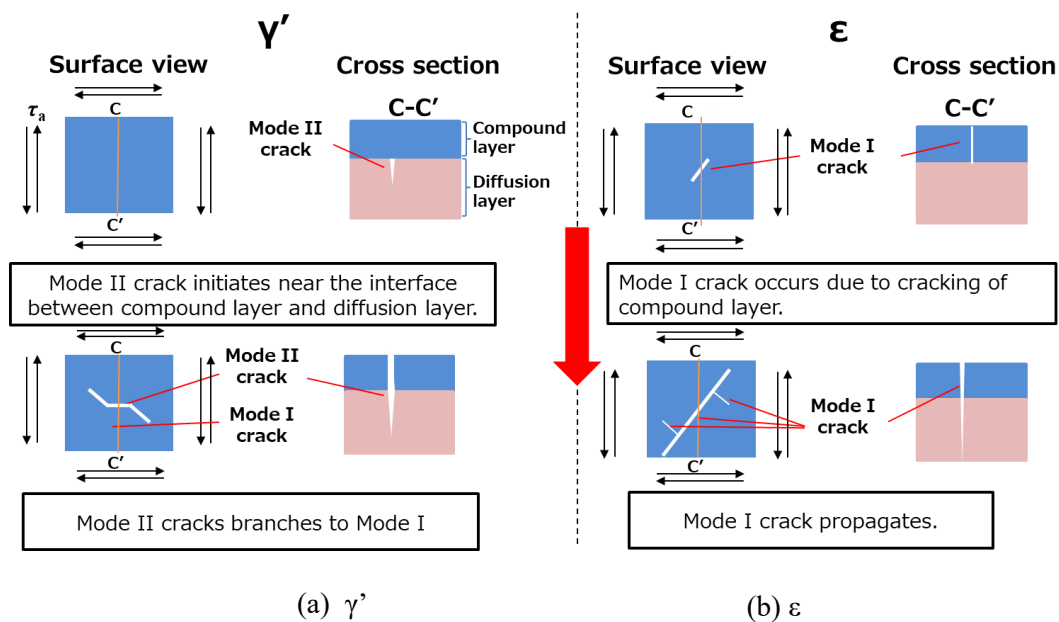


Fig.4-8 Fatigue failure mechanism due to crystal structure of surface compound layer

4-3-4 硬さ分布と残留応力分布

ねじり疲労限度における各試験片の疲労試験前後の硬さ分布を Fig.4-9 に示す。試験片 γ' および ϵ とともに、拡散層深さは約 0.8 mm であった。試験片 γ' の拡散層の最高硬さは、表面から 0.03 mm において 380 HV であり、化合物層の硬さは 695 HV であった。試験片 ϵ の拡散層の最高硬さは、表面から 0.03 mm において 360 HV であり、化合物層の硬さは 780 HV であった。両試験片の拡散層の最高硬さは、ほぼ同等であるが、化合物層は 85 HV 程度の差が発生していた。これまでの研究においても、化合物層の硬さは ϵ 相の方が γ' 相よりも硬いことが報告されている⁽²⁾⁽³⁾⁽⁶⁾。疲労試験前の試験片と比較して、疲労試験後の試験片では、表面から 1.0 mm 程度の位置までで硬さが増加していた。硬さが増加した理由については 4.4 節にて述べる。

Fig.4-10 に残留応力分布の測定結果を示す。試験片 γ' の疲労試験前の圧縮残留応力は、化合物層位置で 350 MPa であり、化合物層直下の拡散層最表面で 175 MPa であっ

た。また，試験片 ε の圧縮残留応力は，化合物層位置で 470 MPa であり，化合物層直下の拡散層表面で 140 MPa であった。試験片 γ' と ε の残留応力を比較して化合物層の残留応力に 100 MPa 程度の差が認められたが，それ以外の測定範囲においては大きな差異が認められず，表面から深い位置になるごとに圧縮残留応力は減少していた。また，硬さ分布結果 (Fig.4-9) と異なり，疲労試験前後の残留応力分布に大きな変化は確認されなかった。

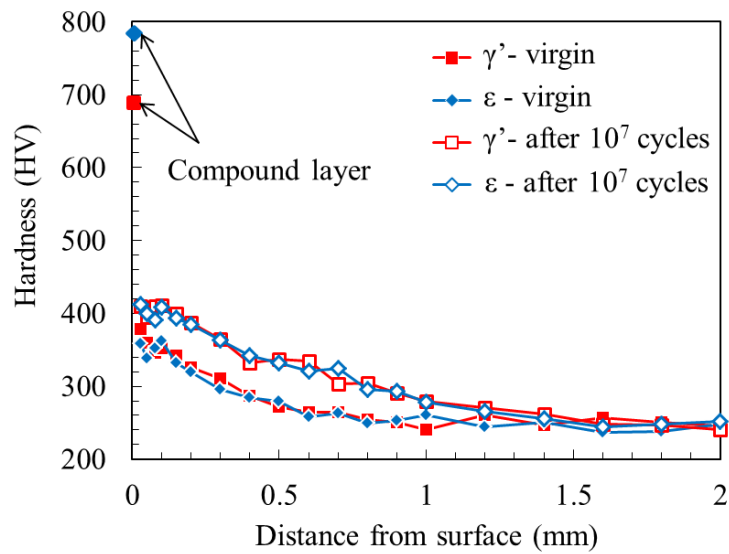


Fig. 4-9 Vickers hardness of the compound and diffusion layers.

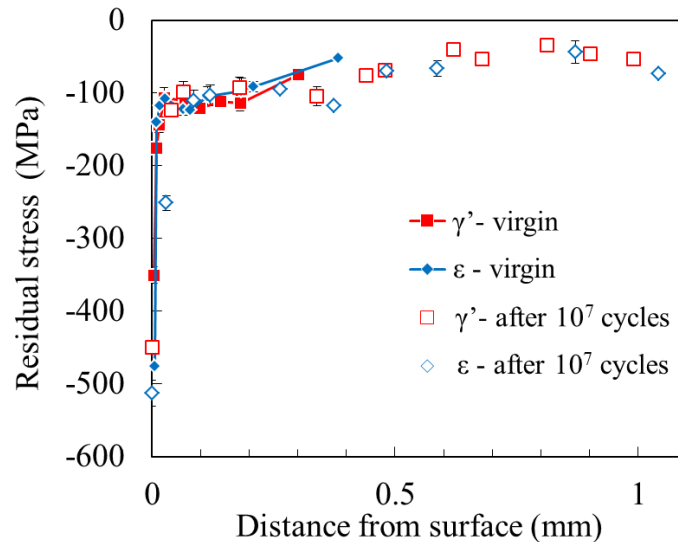


Fig. 4-10 Residual stress distributions of each test specimen.

4-4 考察

窒化处理された炭素鋼 (S50C) のねじり疲労限度は、化合物層が γ' 相主体の場合には、 ϵ 相主体よりも高くなった。また、 γ' 相主体および ϵ 相主体ともに、疲労試験前後で拡散層の硬さが変化した。本節ではこれらに要因について考察を行った。

4-4-1 疲労過程における硬度上昇

疲労試験前後で硬さが変化していたため、力学的な要因（材料の降伏現象）であるかを確認するため負荷応力分布と試験片の表面からの各位置における局所的な降伏応力の関係を検討した。

ねじり降伏応力 τ_y はミーゼスの降伏条件より式 (4-1) および (4-2) を用いて硬さから推定した。

$$\tau_y = \sigma_{0.2}/\sqrt{3} \quad (4-1)$$

$$\sigma_{0.2} = 3.234HV \cdot YR \quad (4-2)$$

ここで $\sigma_{0.2}$ は引張の 0.2 %耐力 (MPa), HV はビッカース硬さである。 YR は降伏比を示しており, 降伏比を過去の S45C 調質材の引張強さと降伏強度の関係⁽⁷⁾から 0.78 とした。また, 係数(3.234) はビッカース硬さを引張強さに換算する際に, いすゞ自動車(株) にて用いている値である。

Fig.4-11 には, 試験片 γ' と ε のねじり疲労限度における負荷応力分布とねじり降伏応力の関係を示している。負荷応力は, 表面から 2.5 mm 位置が中立軸となるためと 0 MPa となり, 最表面に最大せん断応力が作用する。Fig.4-11 より, 表面から 0.8 mm 程度までの範囲は負荷応力がねじりの降伏応力を超えており, 疲労試験後に硬さが上昇した範囲と同等であった。これまでに窒化处理材の疲労過程における硬さ上昇は多く報告されている⁽⁸⁾⁻⁽¹⁰⁾。中村ら⁽¹⁰⁾はタフトライド処理した炭素鋼のねじり疲労試験において, 疲労過程で硬さが上昇することを確認しており, 硬さ上昇の要因は疲労過程中的加工硬化と過飽和に固溶した窒素によるひずみ時効であると報告している。本研究においても, 疲労過程における硬さが上昇した理由は同様の機構によるものと推定する。

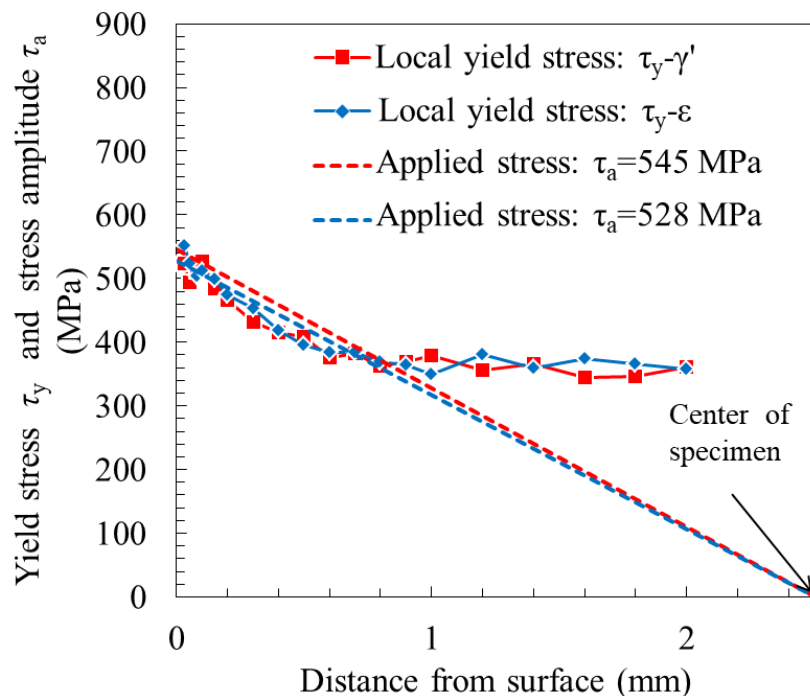


Fig.4-11 Yield strength and applied stress of each test specimen

4-4-2 ねじり疲労限度差についての検討

表面化合物層の結晶構造が、ねじり疲労限度の差の発生要因であるかを検討するため、拡散層における局所疲労限度と Fig.4-7 で示した破面の試験片における負荷応力分布の関係を検討した。疲労試験により試験片の硬さ分布が変化しているため、局所疲労限度は疲労試験後の試験片の硬さ分布と残留応力分布を用いた。1.0 mm より深い位置の残留応力分布は、Fig.4-10 において残留応力の大きな変化がなくなる 0.06 mm から 1.0 mm 程度までの値を線形近似し、近似式を用いて 1.0 mm 以降の深さの残留応力値を外挿した。また、外挿値が 0 MPa 以上となった場合は残留応力の値を 0 MPa とした。

Zhang らの報告⁽¹¹⁾により、ねじり疲労限度に対して圧縮の平均応力が作用すると疲労限度が向上することが明らかにされている。また、本研究においては圧縮残留応力が室

化処理により導入されているため、局所ねじり疲労限度に対しても圧縮残留応力の影響を加味する必要がある。そのため、局所ねじり疲労強度は修正 Goodman 線図に基づき、残留応力を平均応力と考えて予測を行った。修正 Goodman 線図は式 (4-3) で示される⁽¹²⁾。

$$\tau_w = \tau_{w0} - \frac{\tau_{w0}}{\sigma_B} \sigma_m \quad (4-3)$$

τ_w は任意の平均応力（残留応力）下での局所ねじり疲労限度を示しており、 τ_{w0} は平均応力が無い場合のねじり疲労限度であり、 σ_B は引張強度を示している。 τ_{w0} は金澤ら⁽¹³⁾により示された経験式である式 (4-4) で表すことができる。

$$\tau_{w0} = 1.13HV \quad (4-4)$$

τ_{w0} と σ_B の関係式については式 (4-5)⁽¹⁴⁾ を用いた。

$$\tau_{w0} = 0.35\sigma_B \quad (4-5)$$

式 (4-3) と式 (4-4) を式 (4-5) に代入し、 τ_w は式 (4-6) により求められる。

$$\tau_w = 1.13HV - 0.35\sigma_m \quad (4-6)$$

Fig.4-12 に疲労試験後の硬さと残留応力に基づいた炭素鋼 (JIS-S50C) の局所疲労限度と負荷応力分布の関係を示した。これより、試験片 γ' と試験片 ϵ の表面から深さ方向の局所疲労限度の分布はほぼ一致していることがわかる。Fig.4-7 で示した試験片に作用した負荷応力分布を **Applied stress** と示している。4.3 節で述べたように、疲労き裂の発生起点は、試験片 γ' では拡散層内、試験片 ϵ では化合物層表面であった。**Applied stress** は表面から 0.6 mm までで局所疲労限度より高くなっており、Fig.4-7 で示した試験片の疲労き裂の発生起点は **Applied stress** が局所疲労限度を超えた範囲と一致していた。

試験片 γ' と試験片 ϵ でねじり疲労限度に差が発生した理由を考察する。Fig.4-12 に示したように、硬さと残留応力から評価した両者の局所疲労限度の差はほとんどなかったことから、疲労限度に差が発生したのは化合物層の特性が影響していると考えられる。

Fig.4-3 より化合物層の結晶粒径の大きさに差はほとんど無かった。Fig.4-10 より化合物層の圧縮残留応力は疲労限度が大きかった試験片 γ' の方が試験片 ε よりも小さな値であったことから、化合物層の結晶粒径と残留応力は疲労限度の違いにおいて支配的ではないと考える。 γ' 相は破壊靱性が大きく、化合物層が割れにくいため疲労き裂の発生起点が拡散層内部となったのに対して、 ε 相は破壊靱性が小さいため疲労き裂の発生起点が化合物層表面となった。この疲労き裂発生機構の違いにより、試験片 γ' と試験片 ε でねじり疲労限度に差が生じたと考えられる。

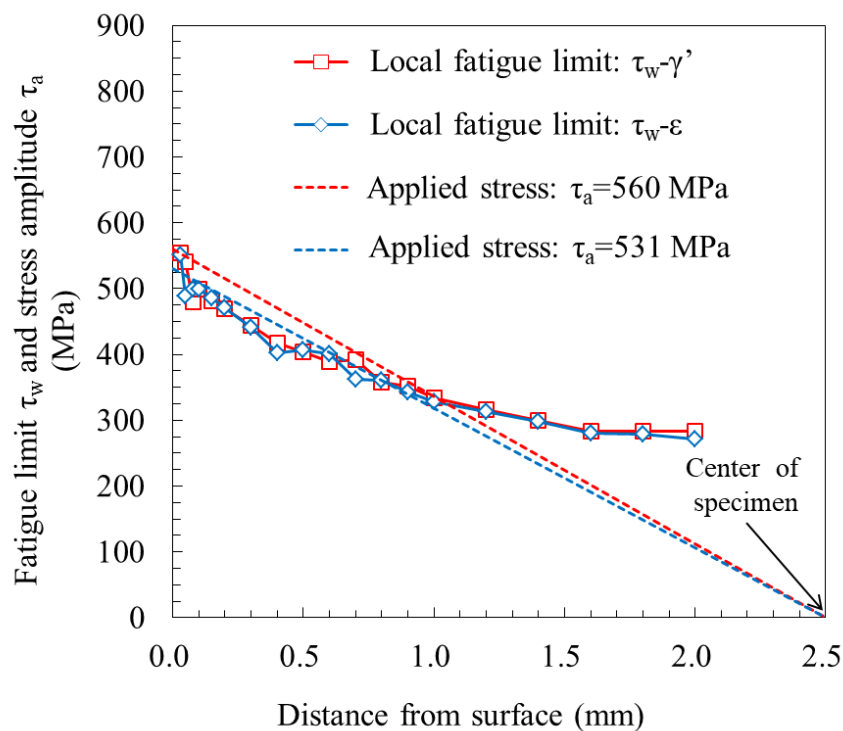


Fig.4-12 Distribution of predicated fatigue limits and applied stress of specimens.

4-5 結言

ポテンシャル制御窒化と軟窒化を用いて、表面化合物層の結晶構造が γ' 相と ϵ 相となる炭素鋼 S50C のねじり疲労試験片を作製し、それらを用いて応力比 $R=-1$ でねじり疲労試験を実施することで、表面化合物層の結晶構造が炭素鋼のねじり疲労強度に及ぼす影響を調査した。硬さと残留応力の分布から予測した局所疲労限度の分布と疲労試験時の負荷応力分布を比較することで、疲労破壊機構について考察した。本章から得られた知見を以下に示す。

- (1) 炭素鋼にポテンシャル制御窒化を適用して、表面化合物層を γ' 相主体とすることで、 ϵ 相主体よりもねじり疲労限度が3%向上することがわかった。
- (2) 窒化処理材にねじり疲労限度の繰返し応力を加えることで、拡散層における硬さは増加したが、残留応力は変化しないことがわかった。
- (3) 表面化合物層が γ' 相主体の場合は、疲労き裂の発生起点は拡散層内部となるが、 ϵ 相主体の場合は表面化合物層が疲労き裂の発生起点となることがわかった。疲労き裂発生起点の違いは、表面化合物層の破壊靱性の違いにより生じたと考えられる。
- (4) 表面から深さ方向の硬さと残留応力の値を基に局所疲労限度を算出した結果、 γ' 相主体と ϵ 相主体の場合でほぼ同等の値を示した。化合物層の結晶構造の違いによりねじり疲労限度に差が生じた理由は、両試験片において、疲労き裂発生起点の違いが生じたためと考えられる。
- (5) 表面化合物層を従来の ϵ 相から γ' 相に変更することで疲労強度が向上し、さらにポテンシャル制御窒化はガス処理であるためクランクシャフトの油穴中などの全体を高強度化できる。これより、今後のクランクシャフトを高強度化することが可能となる。

参考文献

- (1) 河田一喜. 窒素を活用した表面改質. 表面技術, 67, p.22-26, (2016).

- (2) 平岡 泰, 石田 暁丈, 梅澤 修. ガス窒化处理した SCM435 鋼の回転曲げ疲労強度に及ぼす表面化合物相の影響. 熱処理, 57, p.64-72, (2017).
- (3) 高木 眞一, 殿塚 易行, 中村 紀夫, 伊藤 経教. 窒化处理した SCM435 鋼の疲労強度特性に及ぼす表面化合物層の結晶構造の影響. 鉄と鋼, 104, p.594-601, (2018).
- (4) 小林 厚, 前田 晋, 今高 秀樹, 行徳 裕也, 祐谷 将人, 清水 雄一郎, 金山 正男. γ' -Fe₄N 相形成による低炭素合金鋼窒化ギヤの高強度化. 自動車技術論文集, 45, p.1153-1158, (2014).
- (5) 田中 啓介, 顧 青萍, 御厨 照明, 秋庭 義明. ガス軟窒化鋼の X 線残留応力測定日本機械学会論文集 A 編, 62, p. 2734-2740, (1996).
- (6) M. Karakan, A. Alsaran, A. Çelik. Effects of various gas mixtures on plasma nitriding behavior of AISI 5140 steel. Materials Characterization, 49, p.241-246, (2002).
- (7) 金属材料 疲労強度の設計資料 I (改定第 2 版), 日本機械学会編, 東京, p.16,(1982).
- (8) 岡崎 章三, 中川 良治, 中村 宏, 鈴木 恵. タフトライド処理材の疲労強度疲労強度向上機構に関する検討-S15CK 平滑材. 材料, 26, p.1002-1005, (1977).
- (9) 喜多 清, 苧野 兵衛, 中村 宏, 岡崎 章三: タフトライド処理した軟鋼の疲労強度と窒素の挙動. 日本金属材料学会誌, 38, p.852-859, (1974)
- (10) 中村 宏, 岡崎 章三, 星 実泰. タフトライド処理鋼の繰返しねじりにおける疲労強度. 材料, 28, p.100-105, (1979).
- (11) Zhang, W. Akid, R. MECHANISMS AND FATIGUE PERFORMANCE OF TWO STEELS IN CYCLIC TORSION WITH AXIAL STATIC TENSION/COMPRESSION. Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct., 20, p.547-557, (1997).
- (12) 脇田 将見, 久野 隆紀, 長谷川 智也, 猿木 勝司, 田中 啓介. 高強度ばね鋼のねじり疲労強度に及ぼすショットピーニングの効果と疲労強度予測. ばね論文集, 2009, p.7-12, (2009).

- (13) 金澤 健二, 阿部 孝行, 西島 敏:金材研材料強度データシート資料 9, 金属材料技術研究所, p.1, (1995).
- (14) 中村 宏, 堀川 武. 金属疲労の基礎と疲労強度設計への応用, コロナ社, 東京, p.44, (2008).

第5章 合金鋼 **SCM435** のねじり疲労強度に及 ぼす表面化合物層の結晶構造の影響

5-1 緒言

第4章にて、ポテンシャル制御窒化処理を用いて、表面化合物層の結晶構造を γ' 相 (Fe_4N) 主体とすることで、 ϵ 相 (Fe_{2-3}N) 主体に比べて炭素鋼のねじり疲労強度が向上することが明らかになった。これより、クランクシャフトの高強度化に表面化合物層を γ' 主体とすることの有効性が示された。一方、クランクシャフトの高強度化には合金鋼の適用も期待されている。そこで本章では合金鋼に着目し表面化合物層の結晶構造がねじり疲労強度におよぼす影響を調査した。

また、これまでに表面化合物層の有無がねじり疲労強度に及ぼす影響を明らかにできていない。そこで、表面化合物層を機械的に除去した試験片を用いて、ねじり疲労強度に表面化合物層がおよぼす影響を調査した。

まず、合金鋼 (JIS-SCM435) にポテンシャル制御窒化と軟窒化を用いて、表面化合物層が γ' 主体と ϵ 相主体となる試験片を作製するとともに、それぞれを機械研磨により化合物層を除去した試験片を作製した。

さらに、表面から深さ方向への硬さと残留応力の分布から予測した局所疲労限度の分布と疲労試験時の負荷応力分布を比較することで、疲労破壊機構について考察した。

5-2 実験方法

5-2-1 供試品

Table 5-1 に示す化学組成の合金鋼 (JIS-SCM435) を用いて、Fig.5-1 で示す工程で試験片を作製した。調質処理としては、1123 K 加熱後に焼入れし、873 K で焼戻しを実施した。焼戻し後の硬さは 310 HV 程度であった。その後 Fig.5-2 に示す試験部の直径が 5 mm の平滑試験片に加工した。

Table 5-1 Chemical composition of JIS-SCM435 (wt %).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
0.35	0.23	0.70	0.02	0.02	0.08	1.07	0.18

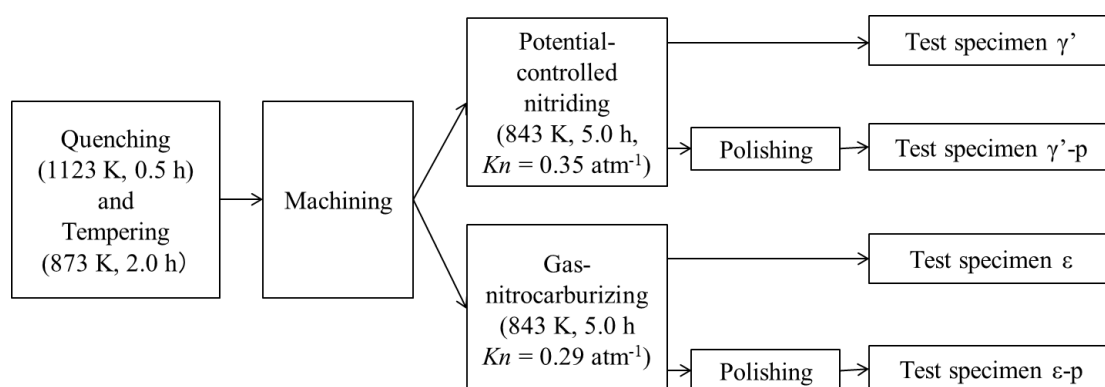


Fig. 5-1 Flowchart of specimen preparation, two types of specimens were prepared.

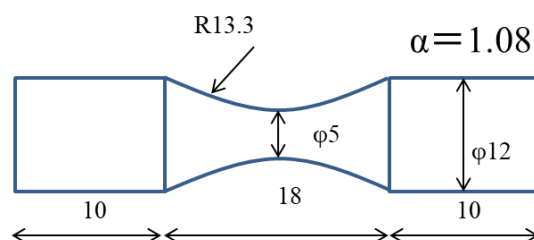


Fig. 5-2 Shape of torsional fatigue test specimen, dimensions in mm.

5-2-2 ポテンシャル制御窒化処理およびガス軟窒化処理

水素センサーにより窒化ポテンシャル (Kn) を制御できるピット型炉を用いた。ポテンシャル制御窒化処理およびガス軟窒化処理を実施し、それぞれの結晶構造が γ' 相主体および ε 相となるような化合物層を得た。ポテンシャル制御窒化処理では Kn を 0.35 atm^{-1} 、ガス軟窒化処理では Kn を 0.29 atm^{-1} とした。

5-2-3 化合物層の除去

化合物層がねじり疲労強度におよぼす影響を調査するために、化合物層を機械的に除去した試験片を作製した。Fig.5-1 に示したように、化合物層を除去した試験片を γ' -p と ε -p とした。化合物層の除去には、窒化処理後の疲労試験片を旋盤に装着し、低速で回転させながら、#600の SiC 研磨紙を手で軽く押し当てて表面を機械的に研磨した。研磨後の形状に大きな変化がないことを確認するために、研磨と形状測定を繰り返しながら化合物層を除去した。研磨代はそれぞれの試験片で表面から $15 \mu\text{m}$ とした。試験片の表面粗さは触針式表面粗さ測定器 (SV-600, 株式会社ミットヨ) を用いて試験片長手方向の表面粗さを測定した。

5-2-4 試験片の材質特性

マイクロビッカース硬さ試験機 (FM-300, 株式会社フューチュアテック) を用いて、鏡面仕上げした試験片の断面において、表面から深さ方向の硬さ分布測定を実施した。押し込み荷重は、化合物層および拡散層において、それぞれ 0.25 N および 0.97 N とした。保持時間は 10 s とした。

残留応力測定は、微小部 X 線残留応力測定装置 (AutoMATE II, 株式会社リガク) を用いて $\sin^2\psi$ 法にて行った。電解研磨と測定を繰り返すことにより、残留応力の深さ方向の分布を測定した。残留応力測定条件を Table 5-2 に示す。田中ら⁽¹⁰⁾の研究を参考に、化合物層では ε 相の 103 回折と γ' 相の 220 回折、拡散層では $\alpha\text{-Fe}$ (フェライ

ト) 相の 211 回折で測定を行った。 ϵ 相および α -Fe 相の応力定数として、それぞれ -611 MPa/deg および -318 MPa/deg を用いた。 γ' 相については応力定数が不明のため ϵ 相と同じ値を用いた。電解研磨によって生じる残留応力の再分配の補正は行っていない。

試料断面を鏡面研磨後に、ナイタールでエッチングした後、光学顕微鏡 (GX51, オリンパス株式会社) を用いて組織観察を行った。化合物層の γ' 相と ϵ 相の相同定には SEM (Scanning Electron Microscope) – EBSD (Electron Back Scattered Diffraction: NordlysNano, Oxford Instruments.) を用いた。

Tale 5-2 Residual stress measurement conditions.

	ϵ -Fe ₂₋₃ N	γ' -Fe ₄ N	α -Fe
Characteristic X-ray	Cr-K α		
Collimator [mm]	Φ 1.0		
Diffraction plane	103	220	221
Diffraction angle (deg)	156.4	156.4	134-137
Stress constant (MPa/deg)	-611	-611	-318
Tube voltage (kV)	30		
Tube current (mA)	30		

5-2-5 疲労試験

ねじり疲労試験機 (PBF-60, 株式会社東京衡機) を用いて、ねじり疲労試験を行った。負荷条件は応力比 $R=-1$, 繰返し周波数 25 Hz である。また、ねじり応力は試験片の最小断面部の表面における公称応力である。 10^7 回の繰返しに耐えた最大の応力振幅をねじり疲労限度と定義した。試験片の破面観察は実体顕微鏡 (VHX-1000, 株式会社キーエンス) および走査型電子顕微鏡 (SEM: S-3700N, 株式会社日立ハイテク) を用いて行った。

5-3 実験結果

5-3-1 化合物層の結晶構造と表面粗さ

各試験片の断面組織と化合物層における相の同定結果をそれぞれ Fig.5-3 と Fig.5-4 に示す。試験片 γ' と試験片 ϵ では、表面にそれぞれ約 0.009 mm と 0.012 mm の化合物層が形成されており、ほぼ同等の厚さであった。化合物層の結晶構造は、それぞれ、 γ' 相および ϵ 相主体となっており、目的とした結晶構造であった。

ねじり試験片の試験部表面における算術平均粗さ R_a は、試験片 γ' において $R_a=0.29 \mu\text{m}$ 、試験片 ϵ において $R_a=0.21 \mu\text{m}$ であり、同等であった。

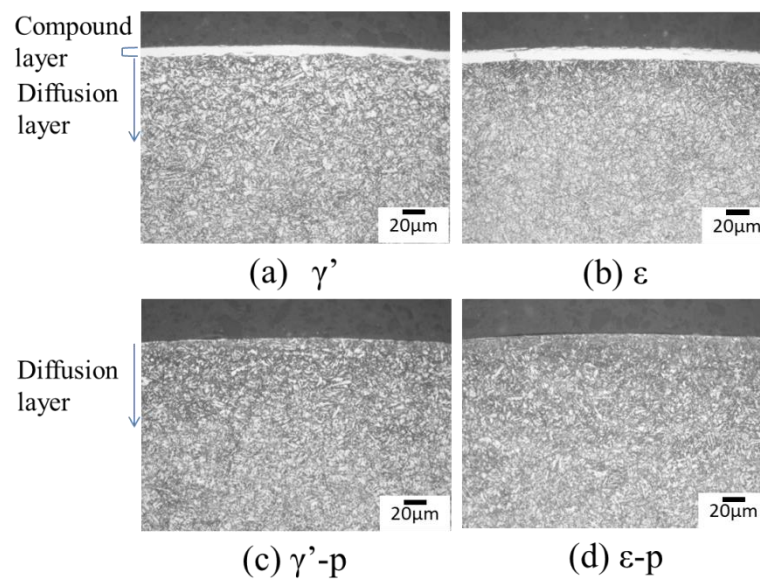


Fig.5-3 Microstructure of cross-section of each test specimen:
(a) γ' ; (b) ϵ ; (c) γ' -p; and, (d) ϵ -p.

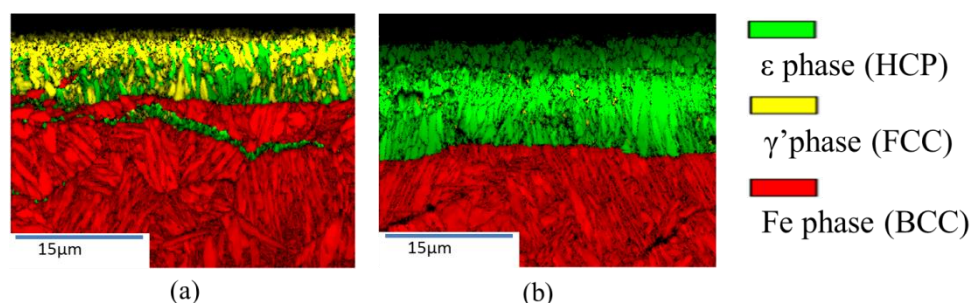


Fig.5-4 Crystal structure analysis of the test specimen: (a) γ' ; (b) ϵ . Yellow color shows face-centered cubic (γ' phase), green color shows hexagonal close packed structures (ϵ phase) and red color shows body-centered cubic (Fe phase).

5-3-2 硬さ分布と残留応力分布

ねじり疲労限度における各試験片の硬さ分布を Fig.5-5 に示す。試験片 γ' の拡散層の最高硬さは、表面から 0.05 mm において 600 HV であり、化合物層の硬さは 724 HV であった。試験片 ϵ の拡散層の最高硬さは、表面から 0.05 mm において 570 HV であり、化合物層の硬さは 790 HV であった。両試験片の拡散層の最高硬さは、ほぼ同等であるが、化合物層は 66 HV 程度の差が発生していた。また、両試験片の拡散層深さはともに 0.5 mm であった。化合物層を除去した試験片 γ' -p と ϵ -p は除去後の表面を最表面として硬さ分布を示している。これより、試験片 γ' -p と ϵ -p の拡散層の硬さ分布は試験片 γ' と ϵ とほぼ同等で拡散層の硬さに研磨除去の影響は認められなかった。

Fig.5-6 に残留応力分布の測定結果を示す。ここで、試験片 γ' -p と ε -p の横軸は化合物層除去後の表面としている。また Table.5-3 にそれぞれの試験片における化合物層の最大圧縮残留応力と拡散層の最大圧縮残留応力値を示す。試験片 γ' の圧縮残留応力のピークは、化合物層と表面から 0.140 mm の拡散層の 2 か所に確認でき、それぞれ 701 MPa および 300 MPa 程度であった。試験片 ε の圧縮残留応力のピークは、化合物層と表面から 0.067 mm の拡散層内の 2 か所に確認でき、それぞれ 557 MPa および 290 MPa 程度であった。試験片 γ' は ε と比較して圧縮残留応力のピーク位置はやや深い位置に認められたが、全体の残留応力分布としては大きな差異が認められなかった。また、試験片 γ' -p と ε -p において最表面の圧縮残留応力は研磨除去の影響により大きくなり 650 MPa 程度であったが、最表面から 0.005 mm より内側の位置においては試験片 γ' や ε の残留応力分布と同等であった。

Table 5-3 Maximum compressive residual stress in each layer.

	Maximum compressive residual stress (MPa)	
	Compound layer	Diffusion layer
γ'	701	288
ε	557	288
γ' -p	-	660
ε -p	-	641

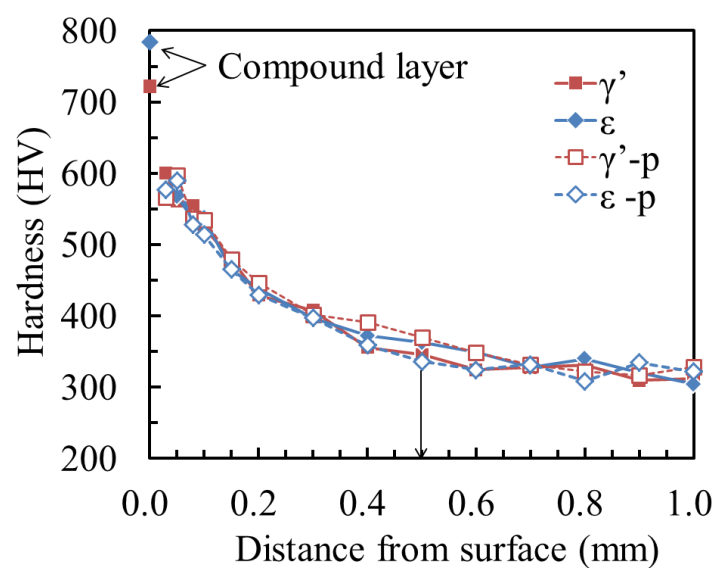


Fig. 5-5 Vickers hardness of the compound and diffusion layers.

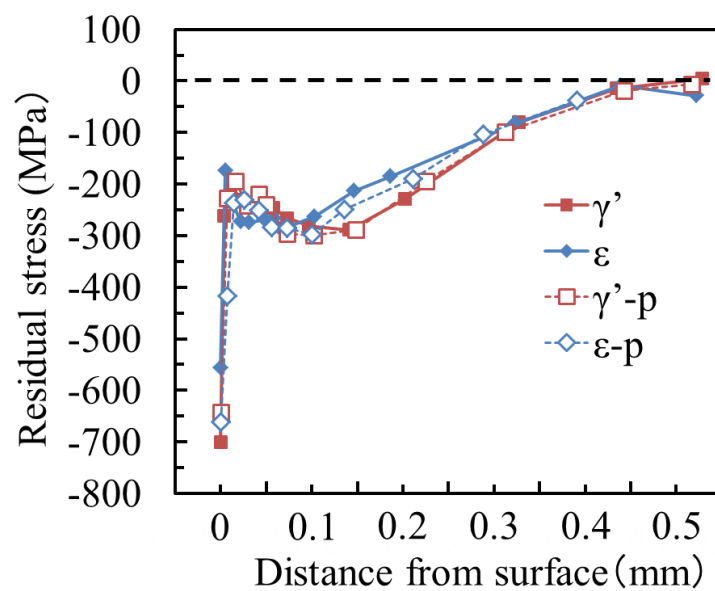


Fig.5-6 Residual stress distributions of each test specimen.

5-3-3 ねじり疲労試験結果

ねじり疲労試験結果として S-N 線図を Fig.5-7 に示し、各試験片の疲労限度を Table5-3 に示す。表面化合物層が γ' 相と ε 相の S-N 線図を比較すると疲労限度は同等であった。しかし、疲労寿命を比較すると γ' 相は ε 相より長くなっていることがわかった。また、化合物層を除去することで疲労寿命が短くなり、疲労限度は化合物層の有無によらず同等であることがわかった。化合物層を除去することで疲労寿命が短くなる傾向は、森野ら⁽²⁾が SNCM439 にラジカル窒化を行い、化合物層の有無で回転曲げ疲労寿命を比較し、化合物層の除去した試験片の疲労寿命が短くなった結果と同じ傾向であった。

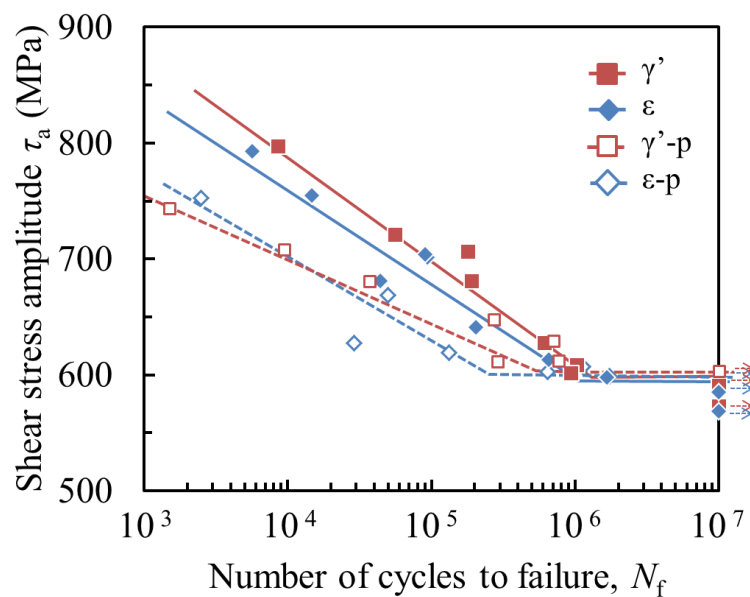


Fig.5-7 S-N curves of each test specimen.

Table 5-4 Fatigue limit of each test specimen.

Type of test specimen	Fatigue limit (MPa)
γ'	596
ε	591
γ' -p	607
ε -p	596

5-3-4 疲労き裂および破面観察

Fig.5-8 と Fig.5-9 に、それぞれ N_f が 10^4 回程度以下および 10^5 回程度以上の疲労試験後の表面き裂を示す。Fig.5-8 より、 10^4 回程度以下 (Low cycle fatigue) の場合、き裂はせん断方向 (Mode II) に発生・進展し、その後は主応力方向に分岐した後、主応力方向 (Mode I) に伝播していた。また、化合物層除去品は化合物層有り品に比べて Mode II き裂が長くなっていた。また、Fig.5-9 より N_f が 10^5 回程度以上 (High cycle fatigue) の場合は、Mode II き裂は認められず、最初から主応力の方向に対して垂直に進展した Mode I の疲労き裂が認められた。

Fig.5-10 に試験片 γ' において疲労限度近傍で折損した試験片の破面を示す。この破面には、表面から 0.35 mm 内側を起点とした Fish eye が観察された。これより、高サイクル疲労破壊の起点は内部であったことがわかった。したがって、Fig.5-8 のように N_f が約 10^5 サイクル以上の試験片の疲労破壊では、表面に Mode II き裂は観察されなかったと考えられる。

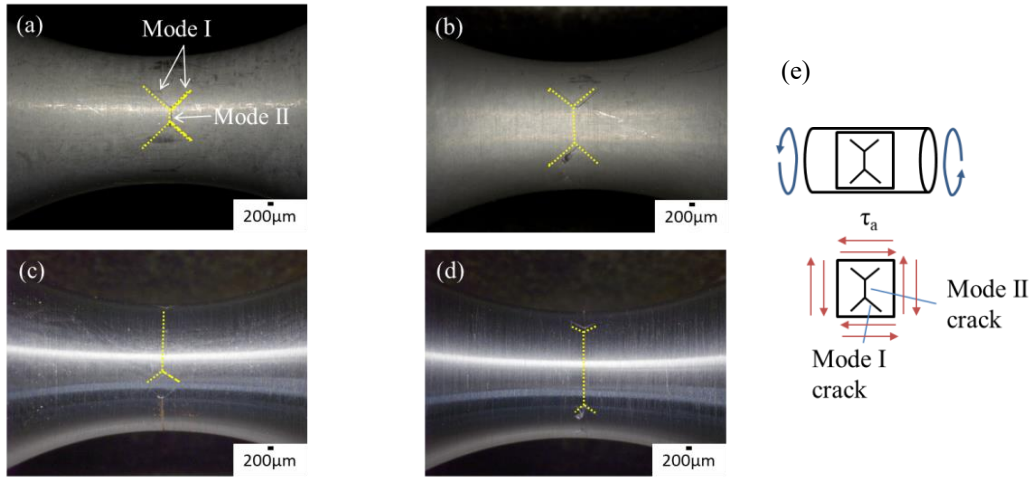


Fig.5-8 Surface crack shape of each test specimen (Low cycle fatigue).

(a) γ' ($\tau_a = 796 \text{ MPa}$ $N_f = 8.60 \times 10^3$) (b) ε ($\tau_a = 754 \text{ MPa}$ $N_f = 1.48 \times 10^4$) (c) γ' -p ($\tau_a = 744 \text{ MPa}$ $N_f = 1.50 \times 10^3$) (d) ε -p ($\tau_a = 753 \text{ MPa}$ $N_f = 2.50 \times 10^3$) (e) image of applied stress and crack path.

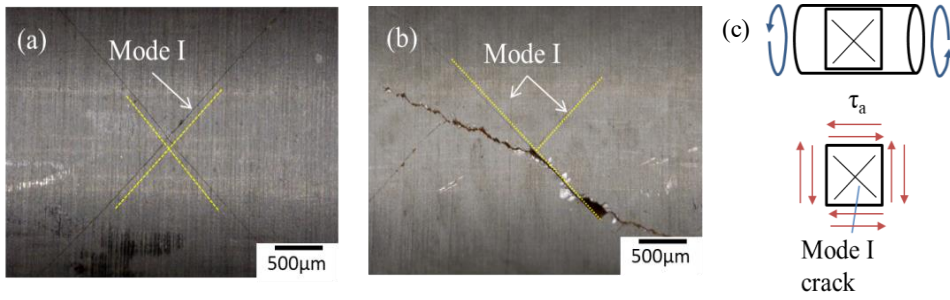


Fig.5-9 Surface crack shape of each test specimen (High cycle fatigue).

(a) γ' ($\tau_a = 680 \text{ MPa}$ $N_f = 1.91 \times 10^5$) (b) ε ($\tau_a = 612 \text{ MPa}$ $N_f = 6.61 \times 10^5$) (c) image of applied stress and crack path.

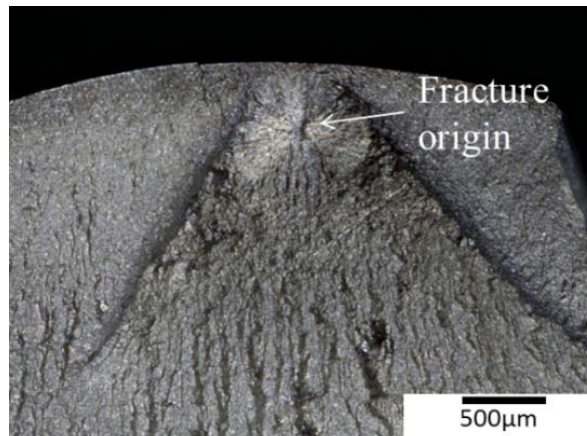


Fig.5-10 Fracture surface of γ' test specimen ($\tau_a = 609 \text{ MPa}$ $N_f = 1.03 \times 10^6$).

Fig.5-11 に破面観察から測定可能であった Mode II き裂長さと負荷応力の関係を示す。これより、負荷応力が大きくなるにしたがい Mode II き裂が長くなる傾向が認められた。また、化合物層の有無により Mode II き裂の長さに大きな差が認められた。

金属材料のねじり疲労では、一般的に表面に Mode II のき裂が発生し、Mode I に分岐することが知られている⁽³⁾⁽⁴⁾。予備実験において、窒化未処理材のねじり疲労試験を実施したところ、化合物層除去品と同様に Mode II き裂が長くなっていた。したがって、化合物層により Mode II き裂の進展を抑制されたため、化合物層の有無で Mode II き裂の長さに大きな差が発生したと考えられる。

Fig. 5-12 (a) および (b) に、それぞれ化合物層が有る場合と無い場合の疲労破壊メカニズムを示す。化合物層はセラミックスと同様に共有結合であり、金属結合である鉄鋼材料よりもせん断強度が大きい。そのため、化合物層が存在することで、せん断き裂の発生・進展に対する抵抗力が大きくなる。化合物層が有る試験片では、Fig. 5-12 (a) に示すように、化合物層と拡散層の界面の拡散層側近傍から発生した Mode II き裂が化合物層内と拡散層内を進展し、その後 Mode I き裂に分岐した。化合物層内はせん断き裂が進展しにくいいため、試験片 γ' と ε の Mode II き裂は試験片 $\gamma'-p$ と $\varepsilon-p$ に比べて短くなったと考えられる。一方、Fig. 5-12 (b)に示すように化合物層が無い試験片は、試

試験片表面から発生した Mode II き裂は拡散層内のみを進展し、その後 Mode I き裂に分岐した。試験片 γ' -p と ε -p は化合物層が無い場合、未処理品と同様に Mode II き裂が長くなったと考える。

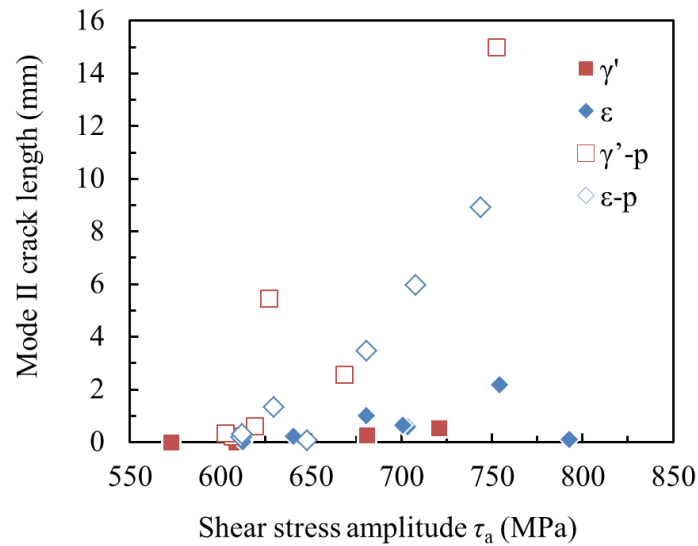


Fig.5-11 Relationship between Mode II crack length and applied stress.

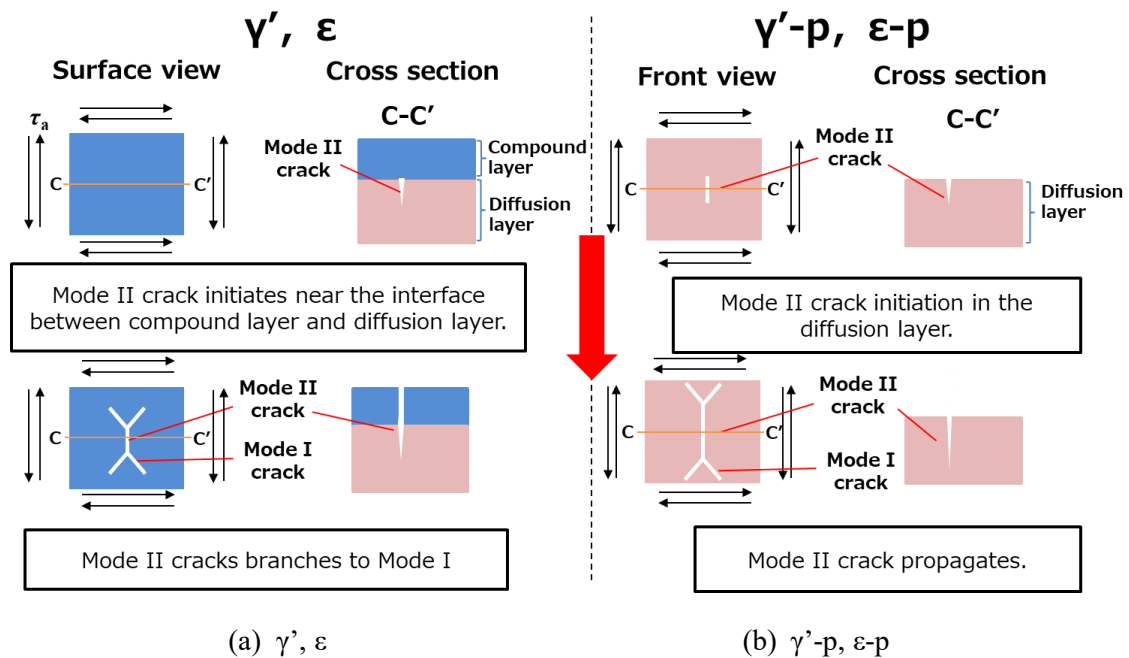


Fig. 5-12 Fatigue failure mechanism with and without surface compound layer.

5-4 考察

5-4-1 ねじり疲労限度差についての検討

表面化合物層の結晶構造が、ねじり疲労限度の差の発生要因であるかを検討するため、拡散層における局所疲労限度と Fig.5-10 で示した破面の負荷応力における負荷応力分布の関係を検討した。疲労試験により試験片の硬さ分布が変化しているため、局所疲労限度は疲労試験後の試験片の硬さ分布と残留応力分布を用いた。局所疲労限度の算出には式 (5-1) を用いた。

$$\tau_w = 1.13HV - 0.35\sigma_m \quad (5-1)$$

この式は、4 章で説明した式 (4-6)と同じ式である。Fig.5-13 に疲労試験後の硬さと残留応力に基づいた合金鋼 (JIS-SCM435) の局所疲労限度と負荷応力分布の関係を示した。これより、試験片 γ' と試験片 ε の表面から深さ方向の局所疲労限度の分布はほぼ一致していた。また、試験片 γ' -p と試験片 ε -p の局所疲労限分布も化合物層以外の部位で試験片 γ' と試験片 ε にほぼ一致していた。高サイクルで破損に至った試験片に作用した負荷応力 ($\tau_a=609$ MPa) と低サイクルで破損に至った応力 ($\tau_a=800$ MPa) をそれぞれ黒と緑の破線で示している。5-3 節で述べたように、疲労き裂の発生起点は、試験片 γ' , 試験片 ε とともに拡散層内部であった。Fig.5-13 より、局所疲労限度と $\tau_a=609$ MPa の負荷応力分布の交点はすべての試験片において表面ではなく、表面から 0.2 mm 程度内部の位置であった。これは、Fig.5-10 で示したように破損起点が内部であったこととよく一致している。また、局所疲労限度と $\tau_a=800$ MPa の負荷応力分布の交点は、 $\tau_a=609$ MPa の負荷応力分布の交点より表面に近づき、拡散層表面近傍となっていた。ねじり疲労限度に化合物層の結晶構造が影響しなかったのは、疲労限度近傍の応力では疲労起点

位置が表面から深い位置であり，疲労き裂の発生・進展に化合物層が影響しなかったためと考える。一方で疲労寿命に化合物層の結晶構造が影響したのは，負荷応力が大きいほど疲労起点位置が表面に近くなり，化合物層の影響を受けたためと考える。

切欠きを有する試験片を用いた曲げ⁽⁵⁾ や引張⁽⁶⁾ の場合は疲労破壊の起点が表面であったため，化合物層の結晶構造が疲労限度に影響したと推定する。本研究においても疲労起点が表面近傍の場合は，化合物層の結晶構造が疲労寿命に影響を及ぼしており，過去の表面が疲労起点となり，化合物層の結晶構造の違いが疲労限度に影響を及ぼした研究結果⁽⁵⁾⁽⁶⁾ と同様の傾向を示した。

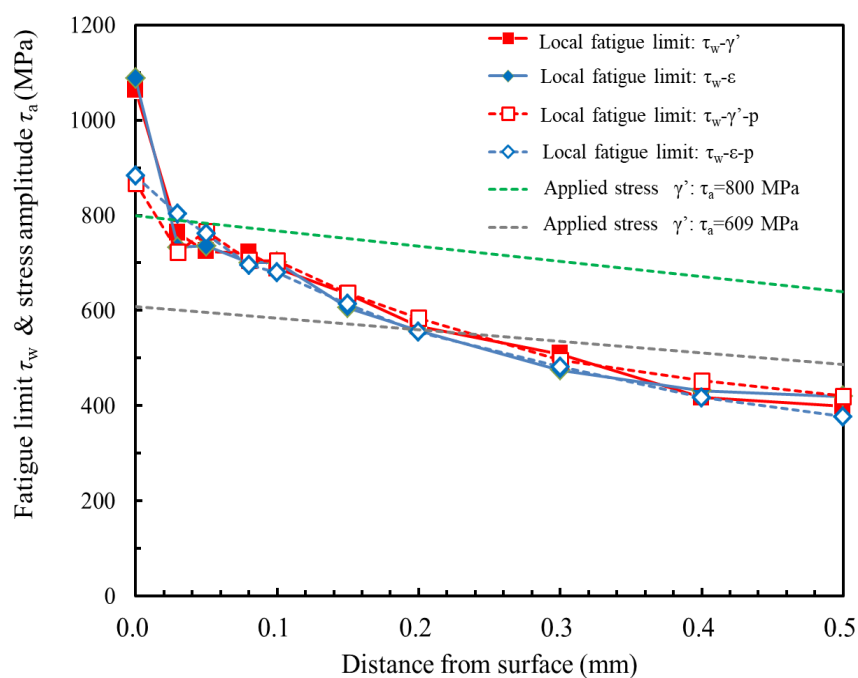


Fig.5-13 Distribution of predicated fatigue limits and applied stress of each test specimen.

5-5 結言

ポテンシャル制御窒化と軟窒化を用いて、表面化合物層の結晶構造が γ' 相と ϵ 相となる合金鋼 SCM435 のねじり疲労試験片と化合物層を機械研磨した試験片作製し、それらを用いて応力比 $R=-1$ でねじり疲労試験を実施することで、表面化合物層の結晶構造が炭素鋼のねじり疲労強度に及ぼす影響と、表面化合物層が疲労限度に及ぼす影響も調査した。さらに、硬さと残留応力の分布から予測した局所疲労限度の分布と疲労試験時の負荷応力分布を比較することで、疲労破壊機構について考察した。

- (1) 本研究に用いた試験片において、ねじり疲労破壊の起点が試験片内部となるため表面化合物層の結晶構造はねじり疲労限度に影響しないことが分かった。
- (2) 高応力における疲労起点は試験片表面に近づくため、疲労寿命には化合物層の種類が影響し、化合物層を ϵ 主体から γ' 主体とすることにより疲労寿命が延びることがわかった。
- (3) 化合物層が Mode II き裂の進展を抑制するため、き裂進展速度が遅くなり、化合物層を有する試験片は化合物層が無い物より疲労寿命が長くなることがわかった。
- (4) 硬さと残留応力から算出した局所疲労限度と負荷応力の関係から、破損起点位置が推定できることがわかった。これにより、窒化クランクシャフトを高強度化するための窒化処理条件の選定方針と部品形状の設計方針を明らかにすることができた。
- (5) 窒化クランクシャフトに合金鋼を用いることで炭素鋼よりも高強度化可能になるため、クランクシャフトの軽量化が実現可能になると考える。さらに、表面化合物層を γ' 相主体とした場合、 ϵ 相主体に比べて疲労寿命が延びることから、

過積載などの問題がある新興国に用いることで部品としての信頼性向上につながると考える。

参考文献

- (1) 田中 啓介, 顧 青萍, 御厨 照明, 秋庭 義明. ガス軟窒化鋼の X 線残留応力測定日本機械学会論文集 A 編, 62, p. 2734-2740, (1996).
- (2) 森野 数博, 皮籠石 紀雄, 深田 一徳, 王 清遠, 近藤 英二. ラジカル窒化した SNCM439 鋼の疲労強度に及ぼす化合物層の影響. 日本機械学会論文集 A 編, 69, p.1490-1496, (2003).
- (3) 中井 善一, 塩澤 大輝. 金属材料における疲労き裂進展モード遷移条件の解明, SPring-8 重点産業利用課題成果報告書 2009A.
- (4) 早川 守, 寺本 真也, 小澤 修司, 根石 豊, 牧野 泰三. 人工欠陥を有する高強度鋼の片振りねじり疲労特性, ばね論文集, 2018, 63,(2018).
- (5) 平岡 泰, 石田 暁丈, 梅澤 修. ガス窒化处理した SCM435 鋼の回転曲げ疲労強度に及ぼす表面化合物相の影響. 熱処理, 57, p.64-72, (2017).
- (6) 高木 眞一, 殿塚 易行, 中村 紀夫, 伊藤 経教. 窒化处理した SCM435 鋼の疲労強度特性に及ぼす表面化合物層の結晶構造の影響. 鉄と鋼, 104, p.594-601, (2018).

第6章 総括

地球温暖化や大気汚染などの環境問題を解決するには、車両からの温室効果ガス排出
0 または低燃費化の技術開発は重要な課題となっている。低燃費化には車両構成部品の
軽量化が重要であり、そのためにも部品の疲労強度向上は不可欠である。

自動車部品において、曲げやねじりの最大負荷応力は主に部品の表面に発生するため、
疲労強度向上には、高周波焼入れや浸炭焼入れ、窒化处理といった表面硬化処理が効果
的である。特に本研究で着目した窒化处理は、ほかの表面硬化処理よりも熱処理ひずみ
が小さいため、部品の寸法精度を確保することが容易であり、近年は窒化处理に対する
ニーズは高まっている。これまでに、窒化处理における疲労強度についての研究は実施
されていたが、表面化合物層の結晶構造や厚さを制御できなかったため、表面化合物層
が疲労強度に及ぼす影響の研究はあまり実施されていなかった。近年、ポテンシャル制
御窒化处理という手法が開発されたことで、化合物層の結晶構造や厚さを制御できるよ
うになったため、化合物層の役割を明らかにすることが必要となっている。

本研究では窒化处理を行った自動車部品の疲労強度および信頼性の向上を達成する
ために、窒化鋼の表面化合物層に生じたき裂が曲げ疲労強度に及ぼす影響を定量化する
とともに、表面化合物層の結晶構造がねじり疲労強度に及ぼす影響を明らかにすること
を目的とした。以下に本研究で得られた成果を総括して述べる。

第1章では、車両開発における課題を背景にあわせて述べ、車両軽量化達成に対して
クランクシャフトの要求特性と課題を明らかにした。

第2章では本研究に関連する既往の研究の概要を述べ、本研究の独自性および新規性
を明確化するとともに、本研究の意義ならびに研究を行うことにより期待される効果に
ついて述べた。第3章から第5章では、窒化处理を行ったクランクシャフトの疲労強度
および信頼性の向上を達成するための個々の研究結果について述べた。

第3章では、軟窒化处理した S50C に表面欠陥を模擬した 3 種類 (0.040 mm, 0.075 mm,
0.100 mm) の半円スリットを放電加工により導入した試験片を用いて、疲労試験を実施

し、スリット寸法と疲労限度の関係および疲労限度に影響を及ぼさない許容欠陥寸法を調査した。さらに、最大許容き裂寸法 (a_c) を破壊力学的に基づいて予測した。実験および解析の結果、化合物層のき裂は曲げ疲労強度に影響を及ぼさないことがわかり、クランクシャフトの曲げ矯正範囲を拡大することが可能であることを明らかにした。

第4章では、ポテンシャル制御窒化処理と軟窒化処理を用いて、表面化合物層が γ' 相主体と ϵ 相主体の炭素鋼 S50C の疲労試験片を用いてねじり疲労試験を実施し、表面化合物層の結晶構造が炭素鋼のねじり疲労強度に及ぼす影響を調査した。さらに、表面から深さ方向への硬さと残留応力の分布から、局所疲労限度を予測する手法を提案した。予測した局所疲労限度と疲労試験時の負荷応力の分布を比較することにより、疲労破壊機構について検証した。その結果、炭素鋼の表面化合物層に γ' 相を選択すると ϵ 相に比べてねじり疲労限度が同等以上となることから、クランクシャフトの高強度化に寄与できることがわかった。

第5章では、ポテンシャル制御窒化処理と軟窒化処理を用いて、表面化合物層が γ' 相主体と ϵ 相主体の合金鋼 SCM435 の疲労試験片を用いてねじり疲労試験を実施した。さらに、それぞれの表面化合物層を機械研磨により除去した試験片も用いた。これにより、表面化合物層の結晶構造と表面化合物層の有無がねじり疲労強度に及ぼす影響を明らかにした。さらに、表面から深さ方向への硬さと残留応力の分布から予測した局所疲労限度の分布と疲労試験時の負荷応力分布を比較することで、疲労破壊機構について考察した。疲労試験結果より、疲労の起点が拡散層内部の深い位置になっていたため、表面化合物層の結晶構造および有無は疲労限度に影響を及ぼさないことが明らかとなった。しかし、高応力では、疲労起点が表面に近づくため、表面化合物層の結晶構造を γ' 相とすることで従来の ϵ 相および化合物層無し品よりも疲労寿命が長くなることが明らかとなった。また、局所疲労限度分布と負荷応力分布の関係より疲労破壊起点が推測できることがわかった。これらより、合金鋼を使用した窒化クラン

クシャフトの高強度化に対する窒化処理方針, および形状設計方針を明らかにできた。

これらの研究成果をから, 窒化処理による表面化合物層が ϵ 相の場合は, 化合物層のき裂が曲げ疲労限度に影響を及ぼさないことが明らかになったことで, クランクシャフトの製造における曲げ矯正範囲を拡張されることで廃棄率が減少し, 製造費の削減が可能となると考えられる。また, 窒化処理部品において表面が疲労破壊起点となる場合, ねじり疲労限度に対して, 表面化合物層の結晶構造を選択することは重要であるが, 内部起点となる場合は, 表面化合物層の結晶構造を選択することは, ねじり疲労限度に大きな影響を及ぼさないことがわかった。さらに, 硬さと残留応力から局所疲労限度を求め, 負荷応力分布との関係性を明らかにすることで, 高強度化に最適な窒化処理条件の選択, 部品の形状設計が可能になると考えられる。また, 連続炉を用いたポテンシャル制御窒化処理も可能になっていることから, 従来同様の生産性・経済性を維持したまま部品の強度信頼性を向上させることが可能であると考え。これらの成果を活用し, 高強度クランクシャフトの開発期間短縮を期待する。

発表論文目録

1. 学位論文を構成する査読付き論文

掲載済み

- (1) Y. Yamada, H. Eto, J. Konya, K. Takahashi, “Influence of crack-like surface defects on the fatigue limit of nitrocarburized carbon steel” , IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, IOP PUBLISHING LTD , 2018, 372, 1, p.1-7. doi:10.1088/1757-899X/372/1/012005

[対応する学位論文の章：第3章]

- (2) Y. Yamada, H. Eto, K. Takahashi, “Influence of crystal structure of nitride compound layer on torsion fatigue strength of Alloy Steel” , Metals, MDPI, 2019, 9.
doi: 10.3390/met9020143

[対応する学位論文の章：第5章]

掲載予定論文

- (3) 山田明徳, 衛藤洋仁, 高橋宏治. “表面化合物層の結晶構造が炭素鋼のねじり疲労強度に及ぼす影響” , 日本熱処理技術協会, 掲載予定.

[対応する学位論文の章：第4章]

2. 学位論文に関連した参考論文

- (1) 紺屋純, 山田明徳, 高橋宏治, “表面欠陥が窒化处理鋼の疲労限度に及ぼす影響の定量的評価” , ばね論文集, 日本ばね学会, 2019, 64, p.45-51.

3. 国際会議における発表論文

- (1) Y. Yamada, H. Eto, J. Konya, K. Takahashi, “Influence of crack-like surface defects on the fatigue limit of nitrocarburized carbon steel” , 2018 International Conference on Material

Strength and Applied Mechanics, Kitakyusyu (Japan), April 2018,.

- (2) Y. Yamada, H. Eto, K. Takahashi, “Influence of crystal structure of nitride compound layer on torsion fatigue strength of alloy steel”, 1st International Conference on Advanced Surface Enhancement, Singapore, October 2019.

4. 国内学会における発表論文

- (1) 山田明徳, 衛藤洋仁, 紺屋純, 高橋宏治, “炭素鋼軟窒化处理材の疲労限度に対するき裂状表面欠陥の影響”, 日本機械学会 M&M2017 材料力学カンファレンス, OS 0544, 北海道, 2017 年 10 月.
- (2) 山田明徳, 衛藤洋仁, 高橋宏治, “窒化化合物層の結晶構造が SCM435 のねじり疲労強度に与える影響”, 日本ばね学会, 8, 東京, 2019 年 6 月.
- (3) 山田明徳, 衛藤洋仁, 高橋宏治, “窒化鋼のねじり疲労強度に及ぼす表面化合物層の影響”, KISEC Innovation Hub2019 in EBINA, 神奈川, 2019 年 11 月.

ポスター発表

- (1) 山田明徳, “中性子回折法による高周波焼入れを施した大型シャフト部品の三軸方向の残留応力測定”, 2019 年度 J-PARC MLF 産業利用報告会, 東京, 2019 年 6 月.

謝辞

本論文は、著者が横浜国立大学大学院工学府機能発現工学専攻博士課程後期に在籍中に横浜国立大学大学院工学研究院 高橋宏治教授のご指導のもと実施した研究成果をまとめたものです。

高橋宏治教授には博士後期課程の3年間に加え、横浜国立大学グリーンマテリアルイノベーション (GMI) でご指導を賜りました。ご多忙な中、多くの時間を割いていただきましたことに、心より感謝致します。

また、横浜国立大学大学院工学研究院 岡崎慎司教授、横浜国立大学先端科学高等研究院 澁谷忠弘教授、横浜国立大学大学院工学研究院 松澤幸一准教授ならびに横浜国立大学大学院環境情報研究院 笠井尚哉准教授には、ご多忙中にもかかわらず、本論文の審査の労を執っていただくとともに、本論文についてご意見を賜りました。厚く御礼申し上げます。

本研究において、ポテンシャル制御窒化処理を実施していただいた株式会社オーネックス伊藤経教様には厚く御礼申し上げます。

また、本研究を共同で行っていただくとともに、多くのご助言をいただいた、いすゞ自動車株式会社 衛藤洋仁博士に厚く御礼を申し上げます。

さらに、研究室を訪れた際には、いつも温かく迎えて頂き、今の大学生の常識を教えてくださいました横浜国立大学 高橋研究室の皆さんに厚く御礼申し上げます。

社会人博士課程での研究に、ご理解・ご協力を頂いた、常務執行役員 大平隆様、車両審査実験第2部部長 工藤孝雄様、同部材料開発第1課課長 金坂敏行様、ならびに業務面でサポートいただきました材料開発第1課の皆様に感謝致します。

研究の面白さや研究者の姿勢を私が高校生のころから教えてくださった、国立研究開発法人日本原子力研究開発機構 勅使河原誠様には心より感謝いたします。

最後に、常にご支援、ご協力いただきました家族に感謝致します。