

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

平岡 泰*・石田 暁丈*・梅澤 修**

Effect of Phase in Surface Compound Layer on Rotating Bending Fatigue Strength for Gas-nitrided SCM435 Steel

Yasushi HIRAOKA, Akihiro ISHIDA and Osamu UMEZAWA

[概要]

ガス窒化・軟窒化した SCM435 鋼の回転曲げ疲労強度を評価した。化合物層形成材は化合物層無し材よりも高い疲労強度を示し、 γ' 相の場合において顕著であった。化合物層は、拡散層より高い降伏強さと大きな圧縮残留応力を示すことから、初期き裂抑制効果がある。 ϵ 相、 γ' 相いずれにおいても複数の微小き裂形成により、主き裂先端の応力集中を緩和し、疲労強度を高める。さらに、 γ' 化合物は、 ϵ 化合物よりも大きな表面圧縮残留応力に加え、塑性変形を示し、かつ微細結晶粒であることから、微小き裂成長の抑制に有効である。したがって、 γ' 化合物は、脆性的き裂成長を示す ϵ 化合物よりも表面き裂発生抵抗が大きく、高い疲労強度を示す。(2016 年 12 月 13 日受理)

[Synopsis]

The bending fatigue strength (10^5 - 10^7 cycle) of gas nitrided or gas nitrocarburized SCM435 steels was evaluated. The steel formed compound layer on the surface exhibited higher fatigue strength than that with less compound layer. When the compound layer was mainly with γ' -Fe₄N phase, the strength was remarkably high. The yield stress and residual compressive stress of the compounds were higher than those of the diffusion layer, respectively. The compound layer may prevent initial crack generation. In both of ϵ -Fe₃N and γ' compounds, multiple microcrackings on the specimen surface may reduce the stress concentration at the main crack tip and make the steel toughed. The γ' compound showed the higher residual compressive near the surface stress than ϵ one, was plastically deformed, and was of fine grains so that the microcrack growth in the γ' compound may be prevented. Therefore, γ' compound showed the higher fatigue crack initiation resistance than that of the ϵ compound showing brittle crack growth, and then the nitrided steel with γ' compound layer exhibited higher fatigue strength.

Key words : Nitriding, Alloy Steel, Bending Fatigue, γ' -compound, ϵ -compound

1. はじめに

鋼の代表的な表面硬化処理の一つである窒化処理は、その処理温度が共析変態点以下であるため、浸炭や高周波焼入れなど他の表面硬化処理と比べて熱処理後のひずみが少なく、高い寸法精度を必要とする機械部品などに広く適用されている。窒化処理された鋼の表面には γ' -Fe₄N (以下 γ' 相という) や ϵ -Fe_{2.3}N (以下 ϵ 相という) からなる化合物層が、それより内部は母相 (α -Fe) に窒素が固溶し、母材成分中の Cr などの窒化物形成元素が微細な合金窒化物を形成した拡散層が形成する⁽¹⁾。拡散層は、窒化条件や鋼種にもよるが、0.2 ~ 1.0 mm 深さの硬化領域を与え、主に耐疲労性の向上に寄与する。一方、化合物層は一般的に母材や拡散層よりも硬さが

大きく、主に耐摩耗性の向上に寄与するが、その厚さや相状態は耐疲労性にも影響を及ぼす。例えば、ガス窒化処理した SCM435 鋼では、化合物層が ϵ 相よりも γ' 相で構成される方が回転曲げ疲労強度が高いことを報告した⁽²⁾。しかし、 γ' 相が回転曲げ疲労強度を高める理由については十分に明らかにされていないこと、また拡散層のみが形成した (化合物層無し) 場合との比較検証を得ておらず、ガス窒化処理した SCM435 鋼の回転曲げ疲労強度に対する表面層の設計指針は十分に得られていない。

本研究では、ガス窒化処理した SCM435 鋼の回転曲げ疲労強度を向上させる表面化合物層を実用条件範囲にて得ることを目的に、雰囲気制御ガス窒化処理およびガス軟窒化処理を用いて、 γ' 相、 ϵ 相、化合物層無しといった相状態の異なる種々の条件を制御し、小野式回転曲げ疲労試験による評価を行った。

*パーカー熱処理工業(株) (Parker Netsusyori Kogyo Co., Ltd., Kawasaki 210-0822)

**横浜国立大学大学院 工学研究院 (Faculty of Engineering, Yokohama National University, Yokohama 240-8501)

2. 実験方法

2.1 供試材

Table 1 に供試材に用いた JIS-SCM435 鋼の化学組成を示す。市販圧延材から $\phi 19 \times 230$ mm の丸棒を圧延方向 (RD) に平行に採取し、1133 K 加熱後焼入れ、873 K にて焼戻し処理を行った。その後、Fig. 1 に示す形状の切欠き付 (応力集中係数: $K_t = 2.45$ ⁽³⁾) 疲労試験片に加工した。

2.2 ガス窒化処理方法

加工した疲労試験片をアセトン中で超音波洗浄後、ガス窒化処理またはガス軟窒化処理に供した。ガス窒化処理およびガス軟窒化処理は、ピット型炉 (処理重量: 80 kg/グロス) を用いて Table 2 に示す処理温度、時間、炉内雰囲気のパラメータである窒化ポテンシャル⁽¹⁾ (以下 K_N という)、浸炭ポテンシャル⁽⁴⁾ (以下 K_{CW} という) を制御した 3 条件により試験材を作製した。なお、各条件において処理温度は実用条件を選択し、853 K とした。また、窒化層硬さが心部硬さと同ーとなる表面からの深さ、すなわち全硬化深さは窒化温度と時間でおおよそ決定されるため、処理時間はいずれの条件も全硬化深さを 0.5 mm となるように設定した。すなわち、No.2 材と No.3 材では 7.2 ks、化合物層が形成しない No.1 材 (Compound layer less) では 10.8 ks により行った。さらに、 K_N は SCM435 鋼の Lehrer 図⁽⁵⁾ を参考に、表面化合物層がそれぞれ化合物層無し、 ϵ 相、 γ' 相となり、また ϵ 相、 γ' 相の条件は化合物層厚さが 20 μm で同一となるように設定した。すなわち、No.1 材では化合物層を形成させないため $K_N = 0.15$ とし、No.2 材 (ϵ -20 μm) では化合物層を ϵ 相とす

Table 1 The chemical compositions of JIS-SCM435 steel (mass %).

C	Si	Mn	Cu	Ni	Cr	Mo
0.36	0.21	0.79	0.14	0.07	1.14	0.15

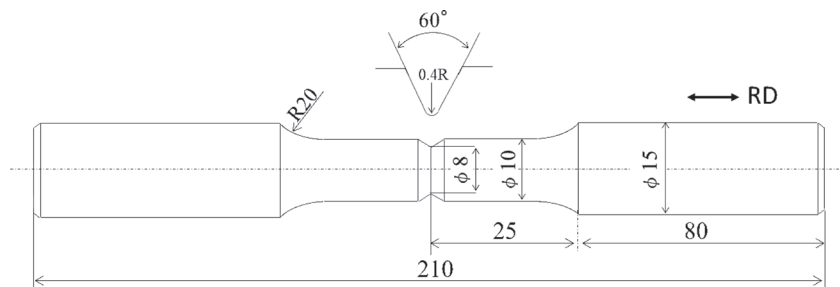


Fig. 1 Geometry of bending fatigue test specimen.

Table 2 The conditions of gas nitriding (K_N) and gas nitrocarburizing (K_{CW}) for the test materials.

No	Materials	Temperature [K]	Time [ks]	K_N [atm ^{-1/2}], K_{CW} [atm]	Induced gas compositions
1	Compound layer less	853	10.8	$K_N = 0.15$	$\text{NH}_3 + \text{H}_2 + \text{N}_2$
2	ϵ -20 μm		7.2	$K_N = 1.2, K_{CW} = 0.44$	$\text{NH}_3 + \text{CO}_2$
3	γ' -20 μm		7.2	$K_N = 1.2$ ($K_N = 0.3$ during cooling)	$\text{NH}_3 + \text{H}_2 + \text{N}_2$

ることを目的に $K_N = 1.2$, $K_{CW} = 0.44$ のガス軟窒化処理を行った。また、No.3 材 (γ' -20 μm) では No.2 材と同じ化合物層厚さで、かつ γ' 単相化とすることを目的に ϵ 相形成領域である $K_N = 1.2$ で処理した後、炉内冷却時 853 K ~ 723 K 区間 (約 1.2 ks を要する) の K_N を 0.3 として ϵ 相から γ' 相へ相変態させる 2 段階窒化処理を行った⁽⁵⁾。No.1 と No.2 材における冷却区間 853 K ~ 723 K の雰囲気は上記の K_N 、すなわち、No.1 材は $K_N = 0.15$ 、No.2 材は $K_N = 1.2$ とした。723 K 以下の温度域では、いずれの水準も雰囲気を N_2 ガスに置換して冷却した。

2.3 回転曲げ疲労試験

小野式回転曲げ疲労試験機を用い、最大応力振幅 (σ_a) 制御、応力比 (最小応力/最大応力) $R = -1$ 、回転数 3000 rpm にて疲労破断寿命を評価して S-N 曲線を取得した。なお、試験は 10^7 回を最大繰り返し数とし、未破断の場合は試験を中断した。また、 10^7 回疲労強度を疲労限として取り扱う。試験材は、No.1 材、No.2 材、No.3 材および調質まま (As QT) 材である。

2.4 組織解析

ガス窒化およびガス軟窒化処理後の窒化層の組織解析は、疲労試験片平行部横断面において、ピッカース硬さ試験 (測定荷重 0.98 N) による拡散層の硬さ分布測定、ナノインデントーション法⁽⁶⁾ (Hysitron 社製 TI Premier) による化合物層のヤング率の推定、光学顕微鏡組織観察による化合物層厚さの観察、FE-SEM (Field-Emission Scanning Electron Microscopy) によるポーラス構造の観察、また EBSD (Electron Back Scatter Diffraction) 法による相同定および結晶方位解析を行った。さらに、化合物層や拡散層の残留応力測定を行うため、試験片平行部を用いて $\sin^2\phi$ 法による X 線残留応力測定を行った⁽⁷⁾。測定には $\text{CrK}\alpha$ 線、 α -Fe の 211 回折、 ϵ 相の 103 回折、 γ' 相の 220 回折を用いた。また、 ϵ 相の応力定数は -611 MPa/deg を用いて計算した⁽⁸⁾。ただし、 γ' 相の応力定数は不明であるため ϵ 相と同じ -611

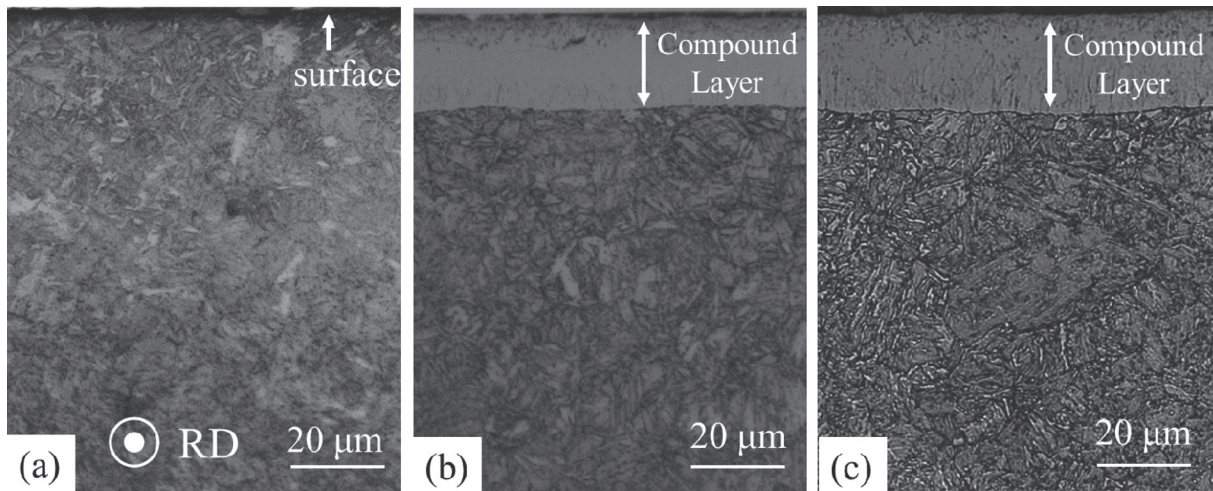


Fig. 2 Optical micrographs near the specimen surface in the cross section after the treatment of gas-nitriding or gas-nitrocarburizing: (a) No.1 (Compound layer less) (b) No.2 (ϵ -20 μm) (c) No.3 (γ' -20 μm).

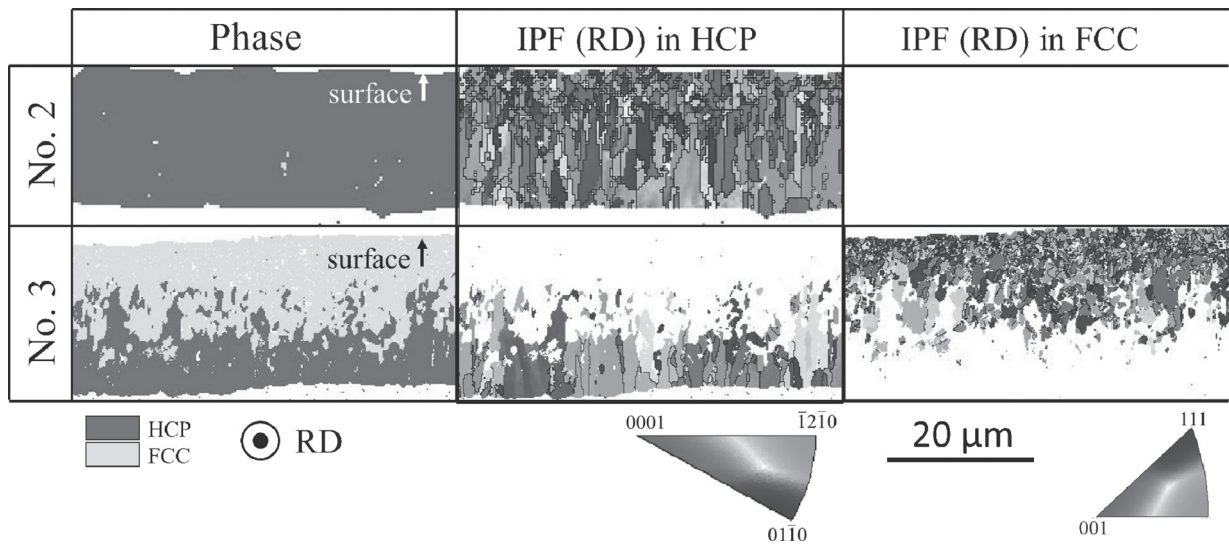


Fig. 3 Phase and orientation analyses by EBSD as inverse pole figure (IPF) in the RD plane for compound layers of the No.2 and No.3. High angle grain boundaries (misorientation angle higher than 15 degree) are drawn by black color.

MPa/deg を用いた参考値として算出した。深さ方向の測定は電解研磨後に残留応力測定を行い、400 μm 深さまでの残留応力分布を得た。また、疲労破断面について SEM による破面観察を行い、破壊起点やき裂進展挙動を解析した。なお、上記解析以外に、疲労試験前の試験片切欠き底について、レーザー顕微鏡 (Olympus 社製 OLS4000) を用いたみかけの表面粗さの測定を実施した。粗さ測定は、疲労試験前の各試験材 RD 方向に切欠き底を中心になるように 0.4 mm 長さの断面プロファイルを取得して行った。

3. 結 果

3.1 化合物層の同定

Fig. 2 に試験片平行部横断面における表面近傍の光学顕微鏡組織、Fig. 3 に EBSD パターンの相分布解析および結晶方位解析結果を示す。いずれの試験材においても、目的とする相と厚さからなる表面化合物層が得られた。すなわち、

No.1 材は化合物層が形成されておらず拡散層のみであり、No.2 材ではほぼ ϵ 相からなる約 20 μm 厚さの化合物層、No.3 材では γ' 相が主体の約 20 μm 厚さの化合物層である。ただし、No.3 材では、表面側は γ' 相であるが、化合物層/拡散層界面付近の心部側には ϵ 相が多く存在し、心部側約 8 μm 厚さは ϵ 相が大半であった。また、化合物層内の結晶方位解析結果 (Fig. 3) より、No.2 材では表面から約 7 μm 深さまでは、結晶粒径約 3 μm 未満の微細な等軸結晶粒であるが、それより心部側では心部方向へ伸びた柱状結晶粒が大半であった。さらに、化合物層内のほとんどの結晶粒の方位差は黒線で示される大角境界が大半であった。一方、No.3 材において表面側の γ' 相は結晶粒径約 4 μm 未満の微細な等軸結晶粒であるが、心部に向かうほど結晶粒は粗大になる傾向がみられた。また、表面側の等軸結晶粒は、相対的に No.2 材よりも微細であった。さらに、心部側に多く存在する ϵ 相は No.2 材と同様に心部側に伸びた柱状結晶粒が大半

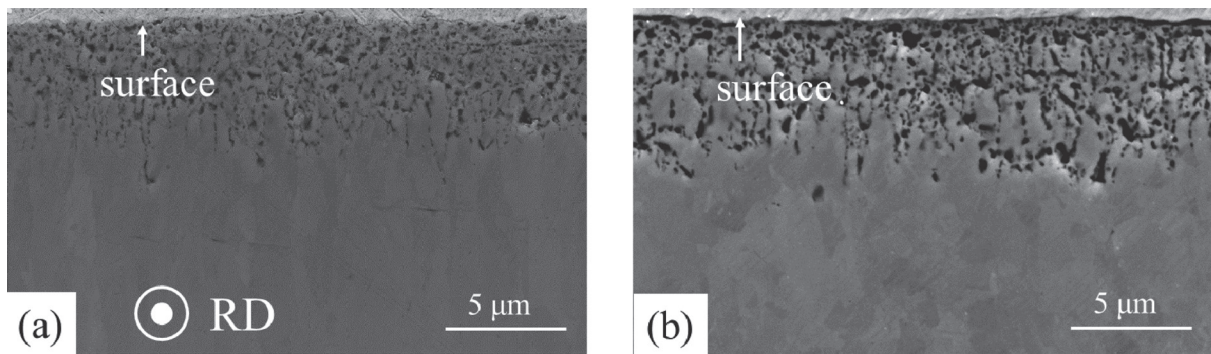


Fig. 4 Secondary electron images of the compound layers in the cross section : (a) No.2 and (b) No.3.

であった。さらに、 γ' 相と ϵ 相いずれの結晶粒も大角粒界が大半であった。次に、Fig. 4にFE-SEMによる化合物層表面近傍(試験片平行部横断面)の観察結果を示す。表面は、ポーラス(多孔質)領域となっている。ポーラス層厚さは、No.2材とNo.3材いずれも約 $6.5\ \mu\text{m}$ であり、その形態は、分散型とチェーン型⁽⁹⁾の混合であった。個々のポーラスの最大長さは、No.2材では $1\ \mu\text{m}$ 未満であるが、No.3材では $1\ \mu\text{m}$ 以上($1.5\ \mu\text{m}$ 未満)長さのポーラスも存在し、No.2材よりも粗大であった。

以上より、各試験材表面の化合物層は化合物層無し(No.1材)、 ϵ 相(No.2材)、 γ' 相(No.3材)であり、また化合物層の厚さは、No.2材とNo.3材共に $20\ \mu\text{m}$ といずれも狙いどおりの相や厚さが得られた。ただし、相状態以外の結晶粒サイズや形状の差、またポーラス構造の違いも上述のとおりみられることから、これらの因子も後述する疲労試験結果の差異に影響を及ぼすと考えられる。

3.2 化合物層のヤング率、残留応力分布

ナノインデンテーション法を用い、みかけ上のヤング率を推定した。測定は窒化層の横断面からFig. 3の相分布解析結果とFig. 4のポーラス層観察結果を参考にポーラス層を避け、 ϵ 相と γ' 相が単相で存在する表面からの位置を推定して実施した。すなわち、No.2材とNo.3材を用い、それぞれ表面から $10\ \mu\text{m}$ 位置と $8\ \mu\text{m}$ 位置を測定部とし、圧子の押し込み深さを $100\ \text{nm}$ とした。5回の測定の平均を用い、前者を ϵ 相、後者を γ' 相のヤング率として与えた。さらに、表面から $30\ \mu\text{m}$ 位置での測定結果から拡散層のヤング率を推定した。その結果、 ϵ 相は $212\ \text{GPa}$ 、 γ' 相は $204\ \text{GPa}$ であり、拡散層の $230\ \text{GPa}$ と比べると化合物層のヤング率はいずれも小さい。したがって、初期降伏条件では化合物層に拡散層よりも高い応力分配は生じておらず⁽¹⁰⁾、また ϵ 相と γ' 相のヤング率の差も $8\ \text{GPa}$ とわずかであり、それぞれの試験材における化合物層への応力分配の差は少ないと考えられる。

次に、No.2材とNo.3材における化合物層形成領域を対象としたX線残留応力の測定結果をFig. 5に示す。それぞれ表面から $20\ \mu\text{m}$ までを化合物層とし、またNo.3材の表面から $10\ \mu\text{m}$ の範囲は γ' 相の220回折で測定を行い、それ以外は ϵ 相の103回折で測定を行った。No.2材では、表面で約 $900\ \text{MPa}$ の引張残留応力が生じているが、 $5\ \mu\text{m}$ 位置より心部側の化合物層内はすべて圧縮残留応力であった。圧縮

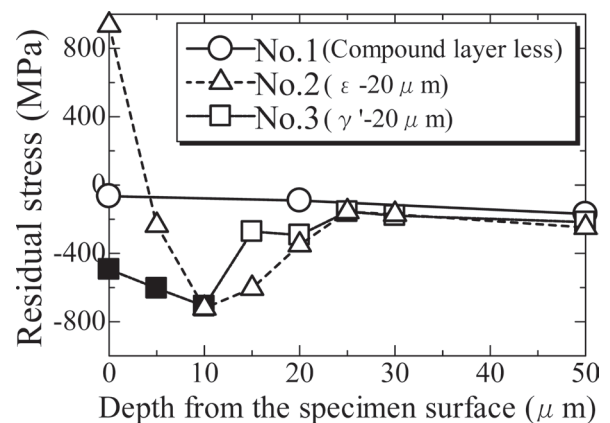


Fig. 5 Residual stress distribution near the specimen surface. Solid marks indicate the reference values using the diffraction profiles of γ' -Fe₄N (220) and the stress constant of ϵ -Fe₃N (103).

残留応力分布は、 $10\ \mu\text{m}$ 位置で最小値 $-720\ \text{MPa}$ をとり、測定位置が深くなるにつれて残留応力は増大傾向を示し、拡散層近傍の $20\ \mu\text{m}$ 位置では $-350\ \text{MPa}$ であった。田中ら⁽⁸⁾は、ガス軟窒化処理したS45C鋼、SCM435鋼に形成した化合物層(ϵ 相)表面において、引張残留応力が形成することを同様に確認しており、この原因として ϵ 相ができると、体積は膨張し、化合物層には圧縮残留応力が生ずるが、化合物層が厚くなるに従い表面側は引張残留応力となると説明している。本測定結果でも、田中らの報告と同様に化合物層厚さ $20\ \mu\text{m}$ で、約 $10\ \mu\text{m}$ 位置で圧縮残留応力の最小値を示す同様の残留応力分布を呈していることから、同じ理由で表面に引張残留応力が生じているものと考えられる。一方、No.3材では、 γ' 相中の残留応力値(図中黒塗)は ϵ 相の応力定数を用いた参考値であるものの、化合物層中はすべて圧縮残留応力であった。ただし、No.3材の $15\ \mu\text{m}$ 位置における ϵ 相の圧縮残留応力値($-605\ \text{MPa}$)は、No.2材のもの($-272\ \text{MPa}$)よりもその絶対値が大きいことから、これは $15\ \mu\text{m}$ 位置より表面側に存在する γ' 相の高い圧縮応力によるものと推定される。 γ' 相中の圧縮残留応力分布は、No.2材と同様に見かけ上の最小値が表面から $10\ \mu\text{m}$ 位置であり、測定位置が深くなるにつれて残留応力は増大傾向を示し、拡散層近傍の $20\ \mu\text{m}$ 位置では $-293\ \text{MPa}$ とNo.2材よりも約 $60\ \text{MPa}$ 大きい。

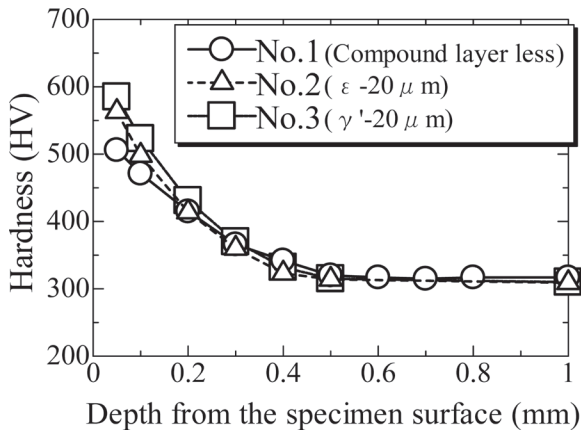


Fig. 6 Hardness profiles in the diffusion zone of the test materials.

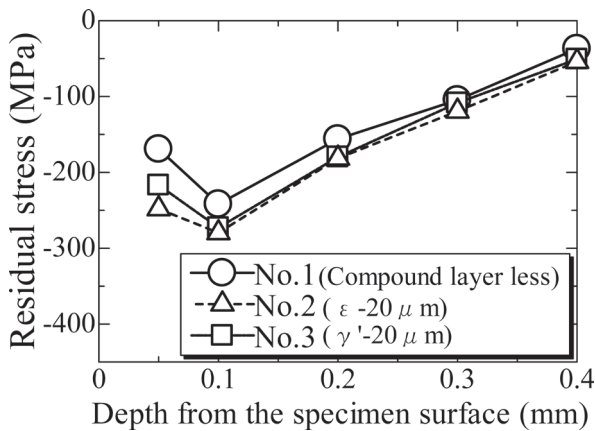


Fig. 7 Residual stress distribution in the diffusion zone of the test materials.

以上より、化合物層のみかけのヤング率は拡散層よりも低く、初期降伏条件では化合物層に拡散層よりも高い応力分配は生じず、また ϵ 相と γ' 相のみかけのヤング率(212 MPaと204 MPa)差はわずかであることから、それぞれの試験材における化合物層への応力分配差は少ないと考えられる。一方、化合物層の残留応力は拡散層よりも数百 MPa 高く、No.2 材の表面で約 900 MPa の引張応力が生じていることを除き、No.2 材と No.3 材のいずれにおいても化合物層内はすべて圧縮残留応力が形成されていた。したがって、この化合物層内の圧縮応力は初期き裂の発生段階におけるき裂成長の抵抗力になると考えられる。

3.3 拡散層の硬さ分布および残留応力分布

拡散層の硬さ分布測定結果を Fig. 6 に示す。No.1 材において 0.05 mm 位置と 0.1 mm 位置の硬さが他の試験材よりもそれぞれ 60 HV、30 HV 低いことを除き、いずれの試験材における各位置での硬さにはほとんど差異はなく、また全硬化深さはいずれの試験材も 0.5 mm であった。

次に、拡散層の残留応力分布を Fig. 7 に示す。いずれの試験材とも拡散層に圧縮残留応力が形成しており、0.1 mm 位置で約 -270 MPa の最小値 (No.2 材と No.3 材) を示した後、測定位置が深くなるに従い残留応力は次第に増加傾向を示し、0.4 mm 位置で約 -50 MPa を示した。ただし、

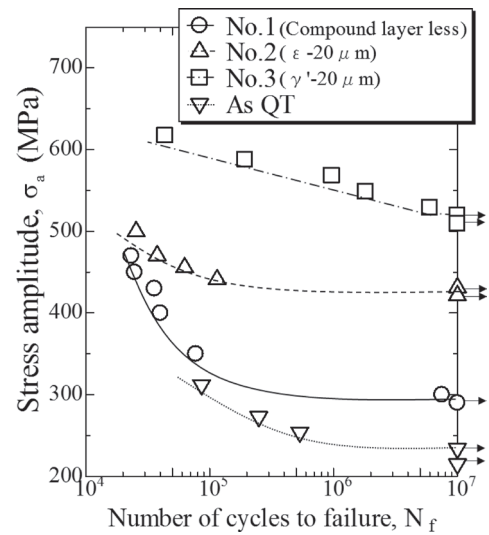


Fig. 8 S-N data by rotating-bending fatigue test. As quenched and tempered material (As QT) was evaluated as a reference.

No.1 材において 0.05 mm 位置と 0.1 mm 位置の残留応力が他の試験材よりもそれぞれ 70 MPa、30 MPa 高い値を示した。0.05 mm 位置において圧縮応力の最小値を示す理由は、No.1 材においては鋼表面や内部の圧縮応力分布の影響と考えられるが、No.2 材と No.3 材においては、拡散層表面は化合物層の高い圧縮残留応力により、その界面で引張応力を受けた結果と考えられる。

以上のように、拡散層における硬さ分布形状や残留応力分布形状、それら絶対値に大きな差異はないが、No.1 材の 0.05 mm と 0.1 mm 位置での硬さが他の試験材よりもそれぞれ 60 HV および 30 HV 低く、また同様に残留応力値は 70 MPa および 30 MPa 高い結果を示した。これらの差異、また拡散層自体が疲労試験結果に及ぼす影響については、4 節において考察する。

3.4 表面粗さ

回転曲げ疲労試験前の切欠き底に対するみかけの粗さは、十点平均粗さ Rz において、No.1 材は Rz=2.2、No.2 材は Rz=2.0、No.3 材は Rz=2.1 であった。したがって、窒化処理条件の違いによる表面粗さの差異はほとんどなく、後述する各試験材の疲労試験結果を比較する際、表面粗さの影響はない。

3.5 回転曲げ疲労強度

Fig. 8 に回転曲げ疲労試験結果を示す。なお、縦軸は最大応力振幅 (σ_a) であり、切欠きの存在を考慮しない切欠き底の最小断面で計算した公称応力で示した。3 種の試験材いずれも 10^5 回 ~ 10^7 回疲労強度 (以下、疲労強度 (疲労限も含む) という) は、As QT 材よりも向上した。3 種の試験材の疲労限は No.3 材が 519 MPa と最も高く、No.2 材が 431 MPa、No.1 材が 290 MPa、As QT が 234 MPa の順である。

3.6 疲労破面解析

Fig. 9 に各試験材の疲労限に近い試験荷重における破面の代表例を示す。No.1 材では、拡散層最表面のマルテンサイト組織部からき裂は形成している (Fig. 9 (c))。一方、

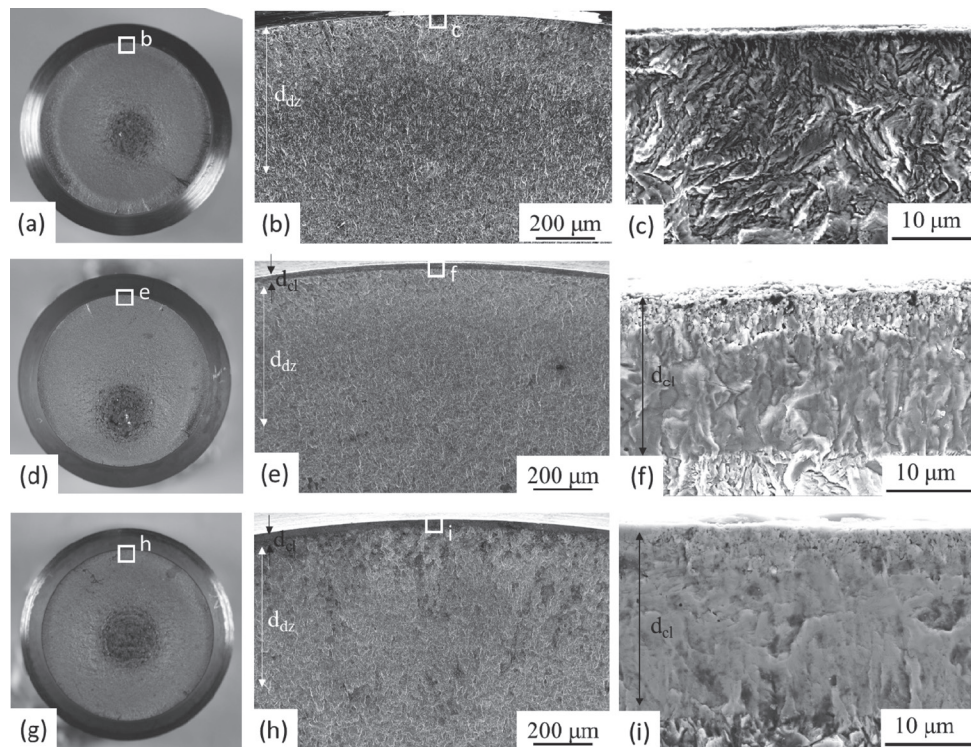


Fig. 9 Fractured surfaces of the tested specimens of (a) No.1, $\sigma_a = 350$ MPa, 7.7×10^5 cycles, (d) No.2, $\sigma_a = 470$ MPa, 3.8×10^4 cycles and (g) No.3, $\sigma_a = 529$ MPa, 6.0×10^6 cycles. Photographs (b), (e) and (h) are magnified images of photographs (a), (d) and (g) in the initial crack propagating regime, respectively. d_a and d_{dz} represent the thickness of compound layer and diffusion zone. Photographs (c), (f) and (i) show crack initiation sites of the specimens.

No.2材とNo.3材では、表面の化合物層領域は脆性的な破面様相を呈しており、き裂進展が確認できる拡散層とは破面上からも明瞭に区別される (Fig. 9 (f), (i))。また、この化合物層の脆性的破面は全周にわたって確認された。いずれの試験材においても、最終破断部が試験片の心部に位置すること、拡散層中を表面側からき裂が心部に向かって進展する破面模様から、き裂はNo.1材では表面、No.2材とNo.3材では化合物層に発生して拡散層から心部へ伝播し、最終破壊に至ったものと判断できる。起点部においては化合物層全体で見ると Fig. 3 中の結晶方位解析で示された各結晶粒に対応する形態の粒界単位の脆性的破面が確認された。特に、No.2材では、結晶組織を明瞭に反映した凹凸が確認された (Fig. 9 (f))。

破面解析結果から、き裂の進展経路を特定したが、疲労き裂の発生位置は明確に特定できなかった。そこで、本試験条件において、疲労き裂の発生位置を確認するため、未破断試験片 (No.1材: $\sigma_a = 290$ MPa, No.2材: $\sigma_a = 431$ MPa, No.3材: $\sigma_a = 519$ MPa) の切欠き底を試験片長手方向に切断し、化合物層中の微小き裂の検出を行った (Fig. 10)。No.1材では、約 $2 \mu\text{m}$ の微小き裂が表面から発生したことが確認できる。No.2材では最表面から心部に向かう微小き裂が存在し、拡散層付近の化合物層内において、き裂は停留していた。また、ポーラス層内のき裂はポーラス (粒界) に沿って進展しているのを確認した。さらに、切欠き底面から離れた切欠き円周方向においても表面から心部方向へ向かう

化合物層中の微小き裂が複数存在することを確認した。一方、No.3材では表面から約 $8 \mu\text{m}$ 深さ間に $2 \mu\text{m}$ 長さ以下の微小き裂が複数確認された。なお、こうした表面から心部方向へ向かう化合物層内部の微小き裂は、切欠き底面から離れた切欠き円周方向においても複数確認された。

以上の観察結果を説明する模式図を Fig. 11 に示す。いずれの試験材も疲労き裂は拡散層表面 (No.1材) または化合物層表面 (No.2材とNo.3材) に発生してから拡散層側へ、そして拡散層から心部へと伝播し、最終破壊に至る。また、疲労限を迎えた未破断試験片における初期き裂は、No.1材では約 $2 \mu\text{m}$ 長さの表面き裂が、No.2材では化合物層 (ϵ 相) 内に約 $10 \sim 18 \mu\text{m}$ 長さの表面き裂、No.3材では $1 \sim 2 \mu\text{m}$ の内部き裂が γ' 相中に、いずれも切欠き底およびその円周方向に沿って複数観察された。したがって、3.4項で得られた疲労試験結果、すなわち化合物層の形成による疲労限の向上やNo.2材とNo.3材での疲労限の相違は、化合物層内での初期き裂形成過程が支配的と考えられ、以下に考察する。

4. 考 察

853 K でガス窒化、ガス軟窒化処理した SCM435 鋼では、化合物層を形成することで疲労強度は向上し、また化合物相は ϵ 相よりも γ' 相を選択する方が疲労強度の増大は顕著であった。以下では、これら2つ結果について、それぞれの要因を考察する。

一般的に回転曲げ疲労限と硬さの間には線形の相関関係が

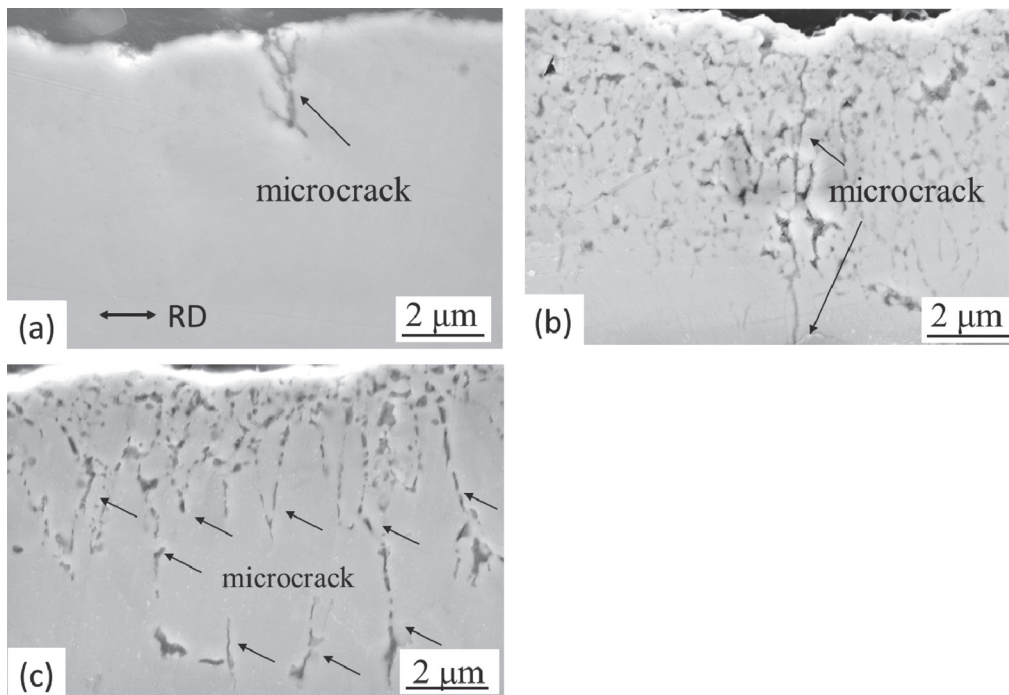


Fig. 10 Microcracks near the notch root of test specimens in the cross section after 10^7 cycles :
 (a) No.1, $\sigma_a = 290$ MPa, (b) No.2, $\sigma_a = 431$ MPa and (c) No.3, $\sigma_a = 519$ MPa.

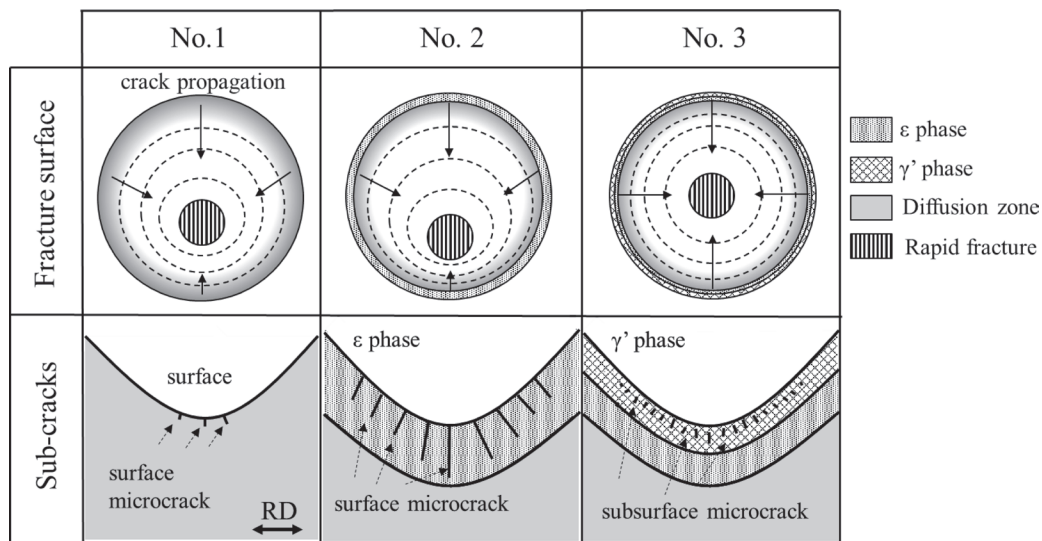


Fig. 11 Schematic illustration of fracture surface and sub-cracks at the stress level of fatigue limit for each material.

知られており、約 400 HV までは鋼材の硬さから疲労限を推定することが可能である⁽¹¹⁾。No.1 材の疲労試験結果(Fig. 8)については、上述の結果のとおり表面起点であり、疲労限を決めているのは表面近傍の硬さと相関があると考えられる。そこで、No.1 材における表面から 0.05 mm 位置硬さ(506 HV (Fig. 6))を用いて、その疲労限を外挿値として推定すると、その値は約 310 ~ 390 MPa の範囲となった。したがって、本試験から得られた No.1 材の疲労限 290 MPa は推定される疲労限範囲の下限を下回っているものの、従来の経験則に基づいて推定される硬さ相当の疲労限にほぼ一致する。一方、3.2 項に述べたように、化合物層を形成させた他の試験材の

0.05 mm 位置硬さは No.1 材よりも約 60 HV 大きく、この点を考慮して同様に硬さから疲労限を推定すると約 350 ~ 440 MPa の範囲であった。しかし、No.2 材では疲労限の推定範囲内であるがその上限値に近く、また No.3 材では推定される疲労限よりも 100 MPa 近く高くなっている。このことから、化合物層を含む窒化層の疲労限は、拡散層の硬さのみから従来の経験則に基づいて説明することはできない。前項で述べた様に、No.2 材や No.3 材においては化合物層内の初期き裂形成過程が疲労限を支配することから、化合物層そのものが疲労限の向上に直接寄与している。さらに、 $10^5 \sim 10^7$ 回疲労強度においても、No.2 材と No.1 材の差は約 1.4

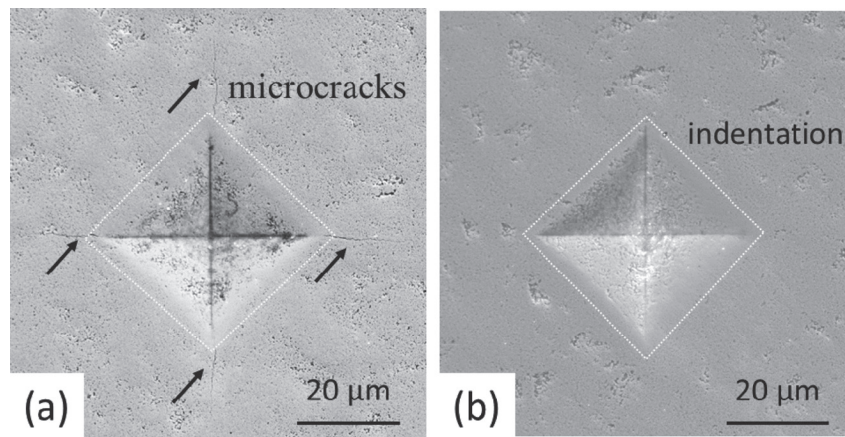


Fig. 12 Microcracks around Vickers indent with 9.8 N : (a) No.2 and (b) No.3. Dashed white lines represent the edge of the indent before surface polishing.

～1.5倍、No.3材とNo.1材の差は約1.8～1.9倍と疲労強度の差の推移は、この区間でほとんど変わらないことから、化合物層の初期き裂形成過程が支配的であると考えられる。

そこで、3.5項で示したNo.2材やNo.3材の化合物層内の初期き裂形成挙動の違いに着目してさらに考察する。Fig. 11の模式図に示した様にNo.2材の疲労限において、No.1材と比べると化合物層内にみられる表面から心部方向に向かう初期き裂は、切欠き底およびその円周方向に沿って複数本形成された。この複数本形成される初期き裂によって、主き裂先端への応力集中が緩和される。また、ナノインデンテーションによる ϵ 相の硬さ899 HVは、拡散層(0.05 mm位置で585 HV)よりも大きく、高い降伏強さであることが示唆される。さらに、Fig. 5に示したように、 ϵ 相内部は拡散層よりも高い圧縮残留応力にある。したがって、化合物層内における主き裂先端への応力集中緩和に加え、 ϵ 相が拡散層よりも高い降伏強さや大きな圧縮残留応力により初期き裂抑制効果を示すことが、No.1材よりも疲労強度を高めた原因と考えられる。一方、疲労限で観察された初期き裂は表面から発生しており、また、その長さも約8～18 μm とNo.3材と比べ長い。Fig. 5で示されたようにNo.2材には、表面に約900 MPaの引張残留応力が作用しており、引張の負荷応力を低減する効果は得られないことから、表面に圧縮残留応力をもつNo.3材よりも同じ負荷荷重において、高い引張荷重を表面に受けると考えられる。また、前項で示した様に表面き裂は、ポーラスを起点として発生し、破面観察結果からも粒界破面が多く見られたことから、ポーラスが存在する粒界に沿って優先的に成長したと考えられる。このようにNo.2材では、No.3材に比べ表面圧縮残留応力が低く、より大きな引張荷重を表面に受けると共に、表面に発生した微小き裂が脆性的成長を示すため、 ϵ 相より靱性が高い γ' 相からなるNo.3材よりも低疲労強度であったと考えられる。なお、 γ' 相の靱性が高い理由については後述する。また、No.2材のポーラス層より下部の化合物層内では、 ϵ 相の粗大柱状結晶粒が主体で心部方向に成長しているが、特定の結晶配向は認められない。 hcp 構造の ϵ 相では、すべり変形の異方性が高く、表面から粒界に沿って成長する微小き裂は、ポーラス

を含まない ϵ 相化合物層内においても、主に粒界を成長して進み、そのためFig. 9 (f) でみられた結晶組織を反映した脆性的破面が、起点部の化合物層厚さ全域にわたり観察されたと考えられる。

次に、No.3材については、Fig. 10で示したとおり、疲労限における初期き裂は表面き裂ではなく、内部き裂であった。また、この内部き裂は、表面から7～8 μm 深さの範囲で多数存在する。したがって、No.3材においても複数の内部き裂が生ずることや、その数もNo.2材よりも多いことから、主き裂先端における応力が緩和され、疲労強度向上の一因となったと考えられる。一方、内部き裂の発生原因としては、ポーラスの存在状態が考えられる。Fig. 4に示したガス軟窒化、ガス窒化処理後のポーラスとFig. 10の疲労試験後の切欠き底におけるポーラスを比べると、No.2材ではガス軟窒化処理後のポーラス形状と疲労試験後に切欠き底で見られるものがほぼ同じ形状や分布であるのに対し、No.3材では明らかにガス窒化処理後のポーラス形状が残っておらず、表面から心部方向に向かうき裂形状として観察された。したがって、No.3材の疲労試験後に切欠き底で見られる内部き裂は、ガス窒化処理後に存在した内部ポーラスが変形したものと考えられる。ポーラスが変形するためには、その基地組織である γ' 相が塑性変形したことが考えられる。 γ' 相はfcc構造であり、塑性変形が底面すべりに限定されるhcp構造の ϵ 相と比べると塑性変形しやすく、靱性が高いと考えられている⁽¹²⁾。しかし、実用鋼において、 ϵ 相と γ' 相の靱性の差異について確認された例はほとんどない。そこで、 γ' 相が塑性変形することを確認するために、ビッカースによる圧痕試験⁽¹³⁾を ϵ -20 μm と γ' -20 μm の比較により行った。圧痕試験は、Table 1と同じ供試材から平面を有する試験材を別途作成し、Table 2と同じガス軟窒化、ガス窒化処理を行い評価した。また、ビッカース荷重は、化合物層内で圧痕が止まる荷重1 kgで行った。Fig. 12に結果を示す。塑性変形が最も大きいのは圧痕の四隅であり⁽¹³⁾、No.2材では約16 μm 長さのき裂が四隅から発生しているのに対して、No.3材ではき裂が見られなかった。このことから、 γ' 相は塑性変形することが可能であると共に、 ϵ 相と比べ高い靱性を有すること

がガス窒化した実用 JIS 鋼種 SCM435 鋼でも証明された。したがって、No.3 材の疲労試験後にみられる切欠き底の内部き裂は、ガス窒化処理後に存在した化合物層の内部ポーラスが疲労試験中に塑性変形で圧着され、き裂形状へ変形し、その後成長した形状であると推察される。この γ' 相内の内部き裂成長は、主にき裂先端における塑性変形により進むと考えられるため、すべり変形に対する γ' 相の降伏強さ、き裂先端の負荷応力を低減する圧縮残留応力、またき裂成長を止める結晶粒サイズの影響が疲労強度を高めた因子として考えられる。 γ' 相の降伏強さについては不明であるが、 γ' 相の硬さも 3.2 項におけるナノインデンテーションの測定結果から、763 HV であり、拡散層と比べると高い値である。このことから、 γ' 相の降伏強さは ϵ 相と同様に拡散層よりも高いことが示唆される。また、圧縮残留応力については、その絶対値は不明であるが、3.2 項で示されたように拡散層よりも高い圧縮残留応力が γ' 相内に形成されていることが推定される。さらに、化合物層の内部き裂が観察された領域では約 4 μm 未満の微細で大角粒界をもつ等軸結晶粒が大半であった。したがって、No.3 材では上述の複数の内部微小き裂形成による主き裂先端の応力緩和に加えて、 γ' 相が塑性変形を示すことから γ' 相が拡散層よりも高い降伏強さを示すこと、また、拡散層や ϵ 相よりも高い表面圧縮残留応力を示し、かつ微細な結晶粒をもつため、No.1 材や No.2 材よりも表面き裂発生抵抗が大きく疲労強度を高めたと考えられる。

これまで、化合物層を形成することが回転曲げ疲労強度を高める理由は不明であった。また ϵ 相と γ' 相を有する化合物層の疲労強度の優劣については、結晶構造に起因する韌性の差異⁽²⁾⁽¹²⁾、化合物層内の圧縮残留応力などの特性値を ϵ 相と γ' 相で相対比較⁽¹⁴⁾されることで説明されてきた。しかし、本研究結果から、ガス窒化またはガス軟窒化した SCM435 鋼において、化合物層形成や γ' 相の選択によって疲労強度が向上する理由は、化合物層表面に形成される微小き裂発生本数が拡散層よりも多く、主き裂先端の応力が緩和されること、また、化合物層が拡散層よりも高い降伏強さや大きな圧縮残留応力を示すこと、さらに γ' 相が塑性変形能を示し、 ϵ 相よりも大きな表面圧縮残留応力値や微細結晶粒径を示すことが明らかとなった。

5. 結 言

SCM435 鋼に 853 K で雰囲気制御したガス窒化、ガス軟窒化処理を行い、化合物層無し (No.1 材)、化合物相が ϵ 相で化合物層厚さが 20 μm (No.2 材)、化合物相が γ' 相主体で化合物層厚さが 20 μm (No.3 材) の 3 種の窒化層を形成

して回転曲げ疲労強度に及ぼす化合物層の影響を明らかにした。得られた結論を以下にまとめる。

(1) 切欠き付き試験片 ($K_t=2.45$) を用いた疲労限は、3 種の窒化層により 290 MPa (No.1 材)、431 MPa (No.2 材)、519 MPa (No.3 材) であった。化合物層を形成した方が疲労強度は高く、かつ化合物層は γ' 相を選択する方が疲労強度は高い値を示した。

(2) No.1 材の疲労限は、調質材の硬さと疲労限におけるリニアな相関関係 (400 HV 以下で成立) で示される従来知見の延長線上で予測可能であった。

(3) No.2 材では、切欠き底円周方向に沿って、表面から初期き裂が複数形成しており、主き裂先端への応力集中の緩和と、拡散層よりも高い降伏強さと大きな圧縮残留応力を示すことから初期き裂発生抵抗が大きく、No.1 材よりも高い疲労強度を示すと考えられる。

(4) No.3 材では、化合物層の内部ポーラスから複数の内部き裂が疲労過程において形成し、主き裂先端の応力場を緩和する。微小き裂の成長は塑性変形を伴っており、 γ' 相の降伏強さは拡散層よりも高く、かつ拡散層や ϵ 相よりも高い表面圧縮残留応力と微細結晶粒を有し、No.1 材および脆性的き裂成長を生じる No.2 材よりも表面き裂発生抵抗が大きく、疲労強度を高めたと考えられる。

参 考 文 献

- (1) Mittemeijer, E.J.: ASM Handbook, 4A, p.619 (2013).
- (2) 中島賢也, 平岡 泰, 熊谷 進, 渡邊陽一: 第 78 回日本熱処理技術協会講演大会講演概要集, p.15 (2014).
- (3) 西田正孝: 応力集中増補版, 森北出版, pp.621-623 (1993).
- (4) Winter, K.-M., Hoja, S., and Klümper-Westkamp, H.: J. Heat Treatm. Mat., **66**, p.68 (2011).
- (5) 平岡 泰, 渡邊陽一: 熱処理, **55**, p.7 (2015).
- (6) 大川登志朗: トライボロジスト, **61**, p.382 (2016).
- (7) 日本材料学会 X 線材料強度部門委員会: X 線応力測定法標準—鉄鋼編一, (2002).
- (8) 田中啓介, 顧青萍, 御厨照明, 秋庭義明: 日本機械学会論文集 (A 編), **62**, p.2734 (1996).
- (9) ディーターリートケほか: 鉄の窒化と軟窒化, アグネ技術センター, pp.21-26 (2011).
- (10) 森田辰郎, 加賀谷忠治: 金属, **79**, p.601 (2009).
- (11) 西島 敏: 材料, **29**, p.24 (1980).
- (12) 小林 厚, 前田 晋, 今高秀樹, 行徳裕也, 裕谷将人, 清水雄一郎, 金山正男: 自動車技術会学術講演会前刷集, No.14-14, p.21 (2014).
- (13) Lawn, B.R., Evans, A.G., and Marshall, D.B.: J. Am. Ceram. Soc., **63**, p.574 (1980).
- (14) 石田暁丈, 平岡 泰, 渡邊陽一, 岡田圭亮: 第 80 回日本熱処理技術協会講演大会講演概要集, p.1 (2016).