論 説

高濃度浸炭用鋼のプラズマ浸炭および疲労特性

木村利光*, 並木邦夫**

Plasma Carburizing Characteristics and Fatigue Properties of Super Carburizing Steel

Toshimitsu Kimura and Kunio Namiki

Synopsis

Super carburizing is one of the carburizing processes where surface carbon content is increased up to 2 to 4%, extremely higher than that of conventional one. This is characterized by its carbide precipitation in the case and is expected to show superior fatigue durabilities.

At first the effect of plasma super carburizing conditions on the carbide morphology was studied using 0.18% C-0.5% Si-2.25% Cr-0.4% Mo steel. Low temperature carburizing at 1143K was confirmed to be effective to obtain finely and uniformly dispersed carbides. Furthermore, the optimum condition was selected with taking other case properties into account.

The bending and contact fatigue tests were carried out as a next step, and it was revealed that plasma super carburized steel exhibited superior fatigue durabilities to those of conventionally carburized JIS-SCM 420. The superiority was considered due to its higher surface hardness, finer grain, intergranular oxidation free case and higher elevated temperature hardness.

1. 結 言

通常の浸炭法は、表面炭素濃度0.8%前後とし、オーステナイトからの焼入れにより硬質のマルテンサイト組織を得るもので、機械構造部品の疲労、耐摩耗性の向上に寄与している。ここで表面炭素濃度が増加し、たとえば1%を超えるような場合には、残留オーステナイト量の増加により浸炭層

硬さが低下したり、粗大炭化物がオーステナイト粒界に網状に析出する、いわゆる「過剰浸炭」となるため¹⁾、表面炭素濃度の管理には詳細な注意が払われている。

いっぽう、表面近傍に微細炭化物を析出させ、浸炭層を強化しようとする試みがある。本稿ではこのような炭化物を積極的に析出させる浸炭処理を過剰浸炭とは区別して、「高濃度浸炭」と呼ぶことにする。これまで、炭化物形成元素 Cr, Mo, V, Ti を含む鋼を用い、炭化物の形成機構、硬さ、耐摩耗性などにおよぼす浸炭温度、時間、合金元素の影響が検討され、微細に炭化物を析出させた場

1991年11月2日受付

*大同特殊鋼㈱研究開発本部

**大同特殊鋼㈱研究開発本部、工博

合、耐摩耗性が向上することが確認されている^{2)~6)}。また、ガス浸炭における JIS 肌焼鋼の炭化物形成機構⁷⁾に関する研究も行われている。さらに、阿部は Cr 量を 2.5% とした浸炭用鋼に滴注式浸炭により炭化物を析出させ、ガス共析浸炭材と耐摩耗性、耐ピitting性、疲労特性を比較した結果、炭化物析出材がいずれの特性とも優れていることを報告している⁸⁾。

このような研究結果にもかかわらず、高濃度浸炭が実部品に適用された例は比較的少ない。これはガス浸炭法や滴注式浸炭法で高濃度浸炭を行う場合、部品や炉内に多量の煤が堆積し、浸炭むらや焼入れむらが生じやすくなるとともに、炉の保全が困難となるためである。また、高濃度浸炭用鋼に含有される Cr は酸化物形成元素でもあり、粒界酸化の生成が避けられないこと、さらには浸炭条件が公開されないことも、高濃度浸炭の普及を妨げている要因と考えられる。

こうした背景にあって、著者らはプラズマ浸炭に注目し、同法が高濃度浸炭に適していることを示してきた^{9)~12)}。すなわち、プラズマ浸炭は無酸化雰囲気中で処理するために粒界酸化を生じることなく、短時間で高い表面炭素濃度が得られること¹¹⁾、また、1~12% Cr を含有する鋼を用いて系統的にプラズマ浸炭条件を変えて浸炭特性を調べた結果、1143~1243K の広い温度範囲で、いずれの鋼種の浸炭層にも炭化物が析出することを見いだした¹²⁾。さらに浸炭実験を通して、煤の発生 の程度も極めて僅少であり炉の操業に影響がないことを確認した。これらのことからプラズマ高濃度浸炭は、従来の高濃度浸炭法の問題点を払拭できることが示唆された。

近年、プラズマ浸炭の研究が多々なされているが^{13)~17)}、従来浸炭法の代替を目的とした共析浸炭に関する報告が多く、炭化物析出形態を制御しその機械的性質を調べた例は見あたらない。そこで本研究では、先に開発した高濃度浸炭用鋼を供試材とし、プラズマ浸炭材の炭化物形態を詳細に検

討、浸炭条件の最適化を図った。さらにプラズマ高濃度浸炭材の曲げ疲れ強さ、および面疲れ強さに関する検討も行ったので、その結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 供試材の製造方法

供試材の化学成分を Table 1 に示す。比較鋼として JIS SCM 420 を用いた。高濃度浸炭用鋼¹⁸⁾は炭化物形成元素 Cr 量を 2.25% と高め、粒界上への粗大炭化物の析出を抑えるために Si を添加し⁹⁾、Cr が炭化物に固溶して低下する基地の焼入性を Mo で補う合金設計となっている。2 t アーク炉で溶製後、熱間圧延にて 116mm 角のビレットとし、直径 22, 32 および 90mm の丸棒に熱間鍛造した。さらに、1198K の焼ならしを施して、実験に供した。比較鋼は 153mm 角の量産ビレットを入手し、熱間鍛造により直径 22, 32 および 90mm の丸棒を得た。

2.2 浸炭条件

プラズマ浸炭は、大同特殊鋼¹⁹⁾製のプラズマ浸炭炉 PMF 323 にて行った。浸炭条件を Fig. 1(a), (b) に示す。浸炭処理に先立ち、試験片の表面清浄を目的に、Ar と H₂ ガスにより炉圧を 60~135 Pa とし、グロー放電を生じさせて前処理を施した。浸炭は、C₃H₈ と Ar の混合ガスで炉圧を 90~200 Pa に保ち、プラズマ電流密度を約 0.01 μA/m² として行った。浸炭後、処理品は 1103~1123K から 353K の油槽に 10~20 Pa の真空雰囲気中で焼入れた。続いて 433K で 2 時間保持の焼もどしを行った。ガス浸炭は 1183K で浸炭時間および拡散時間をそれぞれ 12.6, 7.2 ks の組み合わせで行い、1103K に 1.8 ks 保持後大気圧下で 353K の油中に焼入れた。焼もどしは同様に 433K 2 時間保持後、空冷とした。

2.3 浸炭特性の調査

直径 25mm、長さ 130mm の浸炭性試験片を用い、硬さ分布、ミクロ組織、炭素濃度を調べ、プラズマ浸炭特性を評価した。硬さの測定は微小ビ

Table 1. Chemical composition of test steels.

	(mass %)								
	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
SCM 420	0.20	0.26	0.84	0.018	0.013	0.09	0.08	1.19	1.15
New grade	0.18	0.50	0.30	0.007	0.013	0.02	0.03	2.24	0.40

Fig. 1. Plasma super carburizing conditions.

ッカース硬度計を使用し、測定荷重は2.94Nとした。ミクロ組織は、1%ナイトル溶液にて腐食した試験片を光学顕微鏡にて観察した。炭素濃度は、焼なまし処理して軟化させた試験片の切り粉を表層から0.1mmずつ採取し、赤外線吸収法により分析した。なお、ここでは、表面から0.1mmの炭素濃度分析値を表面炭素濃度として扱うことにする。さらに、疲労試験片の炭素濃度分布は、EPMAにて調べた。測定条件は加速電圧15kV、試料電流 2×10^{-8} A、ビーム径30 μ mである。

2.4 疲労試験

曲げ疲れ試験は、小野式回転曲げ疲れ試験機と動力循環式歯車疲労試験機を用いて行った。回転曲げ疲れ試験片はJIS Z 2274に準拠して作製し、直径8mmの平行部を#1200のエメリーペーパーで研磨後浸炭処理を施し、浸炭ままの表面状態で試験に供した。歯車疲労試験片は、モジュール2.5、圧力角20°、歯数28および32の平歯車を用いた。

面疲労試験は、ローラーピッチング試験機と円筒型転動試験機を用いて行った。ローラーピッチング試験に当たっては、直径26mmの試験片

を面粗さ約3Sに研削加工後浸炭処理を施し、浸炭ままの表面状態で試験に供した。試験条件は、面圧3680MPa、すべり-40%、回転数1500rpmである。円筒型転動試験片は、直径12.1mmの試験片を浸炭処理後、研削加工により直径12mm、表面粗さ約3Sとして作製した。同試験片は、Fig. 1(b)に示す浸炭条件を見直し、前処理直後の浸炭を1143Kから1193Kの昇温期間と1193Kでの保持期間に行い、研削加工しても炭化物層が残るように配慮した。試験面圧は5880MPaとし、潤滑油はタービン油#68を用いた。回転数は42640rpmである。

試験後、走査型電子顕微鏡により破面観察を行った。さらに、高温硬さ試験を行い、検討を加えた。

3. 結果と検討

3.1 プラズマ高濃度浸炭処理材の炭化物析出状況

プラズマ浸炭条件 Fig. 1(a)の浸炭温度および浸炭時間を変えて処理した時の試験片表面近傍に

Photo. 1. Carbides observed in the case of plasma carburized specimens.

析出した炭化物の光学顕微鏡観察組織を Photo. 1に示す。表面の白層は観察のための Ni めっきである。炭化物形態には浸炭温度の影響が顕著に認められる。すなわち、浸炭温度が低いほど炭化物の大きさは微細であり、析出場所は粒内および旧オーステナイト粒界上にはほぼ均一に分散している。これに対して、高温での浸炭は、粒界に粗大な炭化物が析出し過剰浸炭組織を呈するようになる。

Wey ら¹⁰⁾はオーステナイト中における炭化物粒子のオストワルド成長を調べ、セメンタイト、 Fe_3C や $(\text{Fe}, \text{Cr})_3\text{C}$ 粒子の成長が事実上到達可能な大きさを表わしている。それによれば、1143K では直径 $0.8 \sim 8 \mu\text{m}$ の 1243K では $1.6 \sim 16 \mu\text{m}$ の炭化物が得られ、高温ほど炭化物が粗大化する。試験片表面から炭素が流入し処理時間も比較的短

い非平衡状態ではあるが高濃度浸炭材の炭化物サイズの温度依存性はこの結果と良く対応している。

浸炭温度の上昇とともに析出場所の変化は、次のように解釈される。Fig. 2に表面炭素濃度と浸炭温度の関係を示す。浸炭温度の上昇とともに炭素濃度は飽和する傾向にある。これに対して、高濃度浸炭用鋼のオーステナイト固溶限は温度とともに増加するため、炭化物の核発生の駆動力となる表面炭素濃度と固溶限の差、すなわち過飽和度は小さくなる。このために、高温では核発生に必要な臨界エネルギーが界面エネルギー分だけ低くてすむ粒界上で、優先的に析出しやすくなるものと考えられる。なお、1243K で炭素濃度が飽和してしまうことは、結晶粒粗大化により炭化物の核発生場所である粒界面積が減少し、炭化物析出

Fig. 2. Relation between surface carbon content and carburizing temperature.

Fig. 3. Relation between carbide dispersion depth and carburizing time.

1193K, 10.8ks

Photo. 2. An example of the determination of carbide dispersion depth.

量が増えないことも原因と考えられる。

炭化物析出深さを光顕組織から測定し、浸炭時間の平方根で整理した結果を Fig. 3 に示す。測定例を Photo. 2 に示す。この炭化物析出深さは、Fig. 4 の浸炭材の炭素濃度分析と Fe-Cr-C 状態図²⁰⁾から推定される基地オーステナイト中の固溶炭素濃度分布から得られる深さとほぼ一致する。すなわち、破線は推定固溶限であり、実線で示した炭素濃度分布との境界が炭化物析出深さとなる。矢印は光顕組織から測定された深さであり、両者は良く対応している。ここで、ハッチング部は、炭化物として存在する炭素量を意味している⁶⁾。

炭化物析出深さ ξ は、時間に対し、一般に次式で表現できる。

$$\xi = A\sqrt{t} \dots\dots\dots(1)$$

ここで $A(\text{m/s}^{1/2})$ は Fig. 3 における直線の傾きに相当する速度定数、 $t(\text{s})$ は浸炭時間である。Fig. 5 は A^2 の値をアレニウスプロットした図であるが、直線の傾きから見積もられる見かけの活性化エネルギーは 270kJ/mol であった。オーステナイト中における炭素の拡散の活性化エネルギーは、 $134\sim 150\text{kJ}^{21)}$ であり、本実験結果はその約 2 倍と高い。この理由は明らかではなく今後の検討課題である。

3.2 プラズマ高濃度浸炭処理材の硬化特性

浸炭条件 Fig. 1(a) の浸炭温度を変化させて処理した高濃度浸炭用鋼の硬さ分布を Fig. 6 に示す。低温浸炭材では表面から 0.05mm 深さで HV 750 が得られた。炭化物析出量が増加する 1193K 処理材では、表面硬さは HV 800 と高くなるが、浸炭温度をさらに高めると表面硬さの低下とともに $0.2\sim 0.4\text{mm}$ の深さで硬さの軟化域が現れる。Photo. 1 のミクロ組織においては、高温浸炭材には粒内のマルテンサイトラス間に残留オーステナイト組織が観察され、その量が増大するために硬化層の軟化が生じたことがわかった。

有効硬化層深さと浸炭時間の平方根の関係を Fig. 7 に示す。両者には直線関係があり、有効硬化層深さ $d(\text{mm})$ は近似的に次式で表わすことができた。

$$d = B\sqrt{t} \dots\dots\dots(2)$$

Fig. 4. Carbon concentration profiles of plasma carburized specimens. Arrows show carbide dispersion depth determined by optical microscopic observation.

Fig. 5. Arrhenius plot of parabolic constants for effective case depth.

Fig. 6. Hardness profiles of plasma carburized steels.

Fig. 7. Relation between effective case depth and carburizing time.

ここで $B(\text{m/sec}^{1/2})$ は Fig. 7における直線の傾きに相当する速度定数、 $t(\text{sec})$ は浸炭時間である。高濃度浸炭用鋼の硬化層深さは炭素の拡散に律速されるものと考えられ、浸炭温度が高いほど短時間で深い硬化層が得られることが明らかになった。

3.3 微細炭化物析出層を得るためのプラズマ高濃度浸炭条件の最適化

ここでは、前節までの知見をもとに浸炭条件の最適化を図った。Fig. 1(b)にその条件を示す。浸炭温度は1143Kとし、まず微細炭化物を均一に析出させる1次浸炭を行った。つづいて A_1 変態点以下に温度を下げ炭化物を球状化する。なお、1次浸炭温度を高めることで析出した網状炭化物に対しては、球状化の効果は認められなかった。さらに1193Kまで昇温し、2次浸炭を施した。昇温時、再度 A_1 変態点を通過することで炭化物のピン止めにより結晶粒界の移動が阻止され、オーステナイト粒が微細化される²²⁾。2次浸炭温度は高めに設定したが、1次浸炭で析出した微細炭化物が核となり、粗大炭化物が生成しにくいこと、硬化層深さを短時間で確保すること、がその理由である。2次浸炭後、再び A_1 変態点近傍での降温・昇温を繰り返し結晶粒をさらに微細化した。これは、プラズマ浸炭中、グロー放電による試験片表面温度の上昇が招く結晶粒の粗大化を相殺する目的も兼ねている。焼入れは、心部がオーステナイト化できる温度に一時保持後、1103~1123Kから行った。

同浸炭条件でプラズマ高濃度浸炭処理した歯車疲労試験片の硬さ分布とミクロ組織をそれぞれ

Fig. 8. Hardness profiles of gear fatigue test pieces.

Fig. 8, Photo. 3に示す。なお、同装した直径26 mmの試験片を用い、EPMAで求めた炭素濃度分布を、Fig. 9に示す。表面炭素濃度は2%であり、表面硬さはHV 850以上が得られた。炭化物形態は表面近傍で10 μm 程度の塊状、棒状炭化物もわずかに観察されるが、微細球状化した炭化物が、均一に析出していることがわかる。また、粒界酸化が生成しないために、ガス浸炭材の表面に生じる不完全焼入組織は全く認められなかった。

3.4 プラズマ高濃度浸炭処理材の曲げ疲れ特性

以上のような炭化物形態、硬化特性を有する試験片を用いて行った歯車疲労試験の結果をFig. 10に示す。10⁷回疲れ強さは、プラズマ高濃度浸炭材の方が通常のガス浸炭を施したSCM 420に比べて約15%高い。この疲れ強さの向上には、表面硬さの増大と粒界酸化層が形成されないこと、さらに結晶粒の微細化が寄与したものと考えられる。いっぽう、高応力側の時間強度は必ずしも向上せず、S-N曲線の傾きが異なる。隠岐ら²³⁾は1910~2110MPaの弁ばね鋼を用いた実験で、素材強度の向上にともなう時間強度の劣化を示し、その原因として硬質な介在物の影響を挙げている。プラズマ高濃度浸炭材も浸炭層硬さの増大により、硬質炭化物：特に表層近傍に観察された塊状あるいは棒状の炭化物が高応力域での疲れき裂の発生を容易にしたものと考えられる。回転曲げ疲れ試験の結果をFig. 11に示すが、ほぼ同様の結果が得られている。なお、回転曲げ疲れ試験片の破面にはフッシュアイは観察されず、すべて表

Photo. 3. Micro structures of gear fatigue test specimen.

Fig. 9. Carbon concentration profile of the test specimen analyzed by EPMA.

Fig. 11. Rotating bending fatigue properties.

Fig. 10. Gear fatigue properties.

面を起点とした破壊であった。

ここで回転曲げ疲れ試験片(応力: 960MPa, 繰返し数: 1.75×10^6) 破面の SEM 観察例を Photo. 4 に示す。4-1 は起点近傍の低倍観察結果, 4-2~4-4 は 4-1 に示した各位置(a, b, c)の高倍観察写真である。通常浸炭材と最も異なるのは起点近傍 a(4-2) である。すなわち, 通常ガス浸炭材に見られる粒界酸化層や粒界破面は全く認められない。これに対し, 起点近傍には炭化物が観察され, 基地との界面が明瞭に認められることから, これを起点としてき裂が発生したことが示唆される。疲れき裂の伝播部 b(4-3) も, ほぼ同様の様相を呈

- (4-1) Low magnified fractograph
 (4-3) Fatigue crack propagated area: b (100 μ m depth from the surface)
 (4-5) Fast fracture portion (500 μ m depth from the surface)

- (4-2) Origin of fatigue crack: a
 (4-4) Fast fracture portion: c (200 μ m depth from the surface)
 (4-6) Final fracture portion

Photo. 4. SEM fractographs of rotating bending fatigue test specimen.
 Stress amplitude 960MPa, Number of cycles 1.75×10^6

しているが、基地には極めて微細な起状が認められる。急速破断部c(4-4)では一部、粒界破壊が認められ、さらに深部(4-5)では微細炭化物を起点とした塑性変形をほとんどもなわない微小ディンプルと擬へき開の混在する破面^{24),25)}であった。最終破断部(4-6)は典型的な延性破面(ディンプル)を呈している。このように、表面近傍の炭化物を起点としてき裂が発生することが予測されるため、時間強度の向上には、さらに炭化物を微細化するとともに基地の強靱化を図ることが必要と考えられる。

3.5 プラズマ高濃度浸炭処理材の面疲労特性

高濃度浸炭材の面疲労特性を評価するためにローラーピッチング試験を行った結果をFig. 12に示す。同試験では、 $2 \times 10^6 \sim 10^7$ の寿命でばらつ

Fig. 12. Roller pitting resistance.

Fig. 13. Elevated temperature hardness.

く SCM 420 のガス浸炭材に対して、ほぼ 10^7 回までピッチングが発生しないことがわかった。3.4 節における歯車疲労試験でもガス共析浸炭材にピッチングが生じたのに対し、高濃度浸炭材は歯面にピッチングが認められず、優れた耐ピッチング性を示している。高田ら²⁶⁾は炭素鋼をベースとして合金元素を添加した材料に高周波焼入れを施し、ピッチング寿命と焼もどし軟化抵抗に相関があると報告している。Fig. 13 に測定温度を変えて浸炭材の表面硬さを測定した結果を示す。プラズマ浸炭は、Fig. 1(a) の条件で 1173K, 14.4 ks とした。高濃度浸炭材はガス浸炭材よりも高い高温硬さが得られ、ピッチング寿命の向上に効果があるものと思われる。

円筒型転動疲労試験でも Fig. 14 に示すようにプラズマ高濃度浸炭材の寿命が大幅に延長した。また、スラスト型転動疲労試験においても同様の結果が得られている²⁷⁾。したがって、曲げ疲れ強さのみならず面疲労特性に対しても表面硬さの上昇、結晶粒微細化の効果があるものと考えられる。

4. 結 言

プラズマ高濃度浸炭を施した高濃度浸炭用鋼の炭化物形態を詳細に観察するとともに、炭化物析出材の疲労特性を調べて以下の結論を得た。

(1) 析出炭化物におよぼす浸炭温度の影響は顕著であり、浸炭温度が低いほど炭化物は微細、均一に析出し、温度が上昇すると粒界に網状の粗大炭化物が析出する。

(2) プラズマ浸炭条件の最適化を図ることで、

Fig. 14. Rolling contact fatigue properties.

微細球状炭化物が均一分散し、良好な硬さ分布を有する浸炭層が得られた。

(3) このような炭化物析出材の曲げおよび面疲労特性は、通常のガス共析浸炭材に比べて優れていることがわかった。

したがって、プラズマ高濃度浸炭は、動力伝達部品の高強度化、特に面疲労強さ向上の手法として有望であると考えられる。

最後に、本実験にご協力頂いた大同特殊鋼株式会社研究開発本部特殊鋼研究所、構造材料研究室、当田盛義、渥美安二の両氏に感謝致します。

(文 献)

- 1) 内藤武志：浸炭焼入れの実際，(1979)，113〔日刊工業新聞社〕
- 2) 斉藤 卓，佐久間健人，西澤泰二：日本金属学会誌，40 (1976)，1164
- 3) 千葉 昂，斉藤 卓，山口圭司：日本金属学会誌，47 (1983)，321
- 4) 千葉 昂，藤田敏太郎，桜木彰彦：日本金属学会誌，45 (1981)，1151
- 5) 千葉 昂，斉藤 卓，高山武盛，郝 士明，西澤泰二：鉄と鋼，67 (1981)，A61
- 6) 郝 士明，高山武盛，西澤泰二：日本金属学会誌，45 (1981)，1195
- 7) 内藤武志，木林靖忠，中村浩三：熱処理，26 (1986)，157
- 8) 阿部吉彦：金属材料，16 (1976) 77
- 9) 木村利光，並木邦夫，飯久保知人：材料とプロセス，1 (1988)，915
- 10) 木村利光，並木邦夫：材料とプロセス，1 (1988)，1890
- 11) 木村利光，並木邦夫：電気製鋼，61 (1990)，32
- 12) 木村利光，並木邦夫：日本熱処理技術協会講演概要集，30 (1990)，63
- 13) F.Hornbeck and W.Rembges：Heat Treatment 84，(1984)，51.1
- 14) 浦尾亮一，朝日直達：金属表面技術，36 (1985)，258
- 15) D.Goodman and T.Simons：Industrial Heating，11 (1987)，14
- 16) W.L.Wentland and J.Y.Yung：Ion Nitriding Ion Carburizing，(1990)，245
- 17) B.Edenhofer，J.G.Conycbear and G.T.Legge：Heat Treatment of Metals，1 (1991)，6
- 18) K.Namiki，K.Nakayama，T.Iwano and T.Kenmoku：SAE Technical Paper Series，880416 (1988)
- 19) M.Y.Wey，T.Sakuma and T.Nishizawa：Trans. Jpn. Inst. Met.，22 (1981)，733
- 20) V.K.Bungardt，E.Kunze and E.H.Krefeld：Archiv für das Eisenhüttenwesen，29 (1958)，193
- 21) C.Wells，W.Batz and R.F.Mehl：Trans. Metall. Soc. AIME，188 (1950)，553
- 22) 西澤泰二，国分照彦：材料とプロセス，2 (1989)，1880
- 23) 隠岐保博，茨木信彦，阿部 聡，池田辰雄，松山博幸：材料とプロセス，1(1988)，850
- 24) S.K.Wallack and G.Krauss：JIM Int. Symp. New Aspects Martensitic Transform.，1 (1976)，405
- 25) G.Krauss：Metall. Trans. A，9A (1978)，1527
- 26) 木村篤良，高田勝典：電気製鋼，59 (1988)，27
- 27) 大同特殊鋼株式会社，社内資料