プラズマ高濃度浸炭による炭化物形態制御と 疲れ特性

木村利光*, 中村貞行*

Carbide Morphology Control and Fatigue Properties of Plasma Super Carburized Steels

Toshimitsu Kimura and Sadayuki Nakamura

Synopsis

Super carburizing is characterized by its high surface carbon content up to 2-4% and carbide dispersion in the case. This process is a promising heat treatment to strengthen case hardened parts, such as gears and bearings. However, it can be predicted that the carbide morphology will change with a difference in the heat cycle, mass and shape of the workpiece.

Therefore, the influence of carbide morphology in the case on fatigue properties was investigated. Plasma carburizing was used to disperse carbides in case of new grade steel (0.18% C-0.5% Si-0.3% Mn-2.25% Cr-0.4% Mo). The size and area fraction of the carbides was varied 0.6-1.8 μm and 9 - 40%, respectively. It is confirmed that the carbide morphology has little influence on both the 10^7 cycle bending fatigue limit and the fatigue strength in the low cycle region.

1. 緒 言

浸炭層中に炭化物を析出させる高濃度浸炭は、通常の共析浸炭に比べて、高い曲げ疲れ特性や面疲れ特性が得られる表面処理方法として有望である。著者らはこれまでに、プラズマ浸炭が高濃度浸炭に適することを見出し、炭化物形成元素Crを含有する鋼に処理を施すことで、優れた疲れ特性が得られることを報告してきた^{1)~3)}。また、自動車メーカーとの共同研究においても、プラズマ高

濃度浸炭を施した歯車が共析浸炭歯車に比べて良好な疲れ特性を示すことを明らかにした⁴⁾。

ところで、浸炭材の硬さ分布は疲れ特性に最も大きな影響を及ぼすことから、硬さ分布の制御、すなわち、それを決定する鋼中の炭素濃度分布を制御することが、従来の共析浸炭法では重要であった。しかし、高濃度浸炭法では、この炭素濃度分布に加えて、炭化物形態という新たな変動因子も制御しなければならない。この炭化物形態は、処理条件、処理品の大きさや形によって変化することが予測される。また、熱処理後、歯車の歯面や軸受部品の転送面に施される研削加工によって炭化物層が除去されることも予想される。したが

1994年8月26日受付

*大同特殊鋼㈱技術開発研究所

って、高濃度浸炭の適用にあたり、疲れ特性に及ぼす炭化物形態の影響を把握することが強く望まれるようになった。

これまで、高濃度浸炭材の浸炭特性や耐摩耗性については報告されている^{9)~12)}。しかし、炭化物形態を変化させて疲れ試験を行った例は見あたらない。これは従来の固形浸炭やガス浸炭による高濃度浸炭では、雰囲気調整、処理パターンの変更が難しく、炭化物の形態制御が困難であったことによる。これに対しプラズマ浸炭は、特別な雰囲気調整を必要とせず、さらに浸炭期以外は真空中で処理を行うために、浸炭条件を容易に変えることができる。そこで本実験では、プラズマ浸炭による炭化物形態制御の可能性を調べ、炭化物形態を変化させた試験片の曲げ疲れ特性を評価することにした。なお、面疲れ特性の一つである耐ビッチング性に及ぼす影響については、別報で報告する¹³⁾。

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-SCM420 鋼を用いた。高濃度浸炭鋼は、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、基地の焼入性を Mo で補完する合金設計となっている。2t アーク炉で溶製後、熱間圧延にて 116mm 角のピレットとし、直径 22 および 32mm の丸棒に熱間鍛造し

た。さらに、1193K の焼ならしを施して、実験に供した。比較鋼は 153mm 角の量産ピレットを、熱間鍛造により丸棒に加工して用いた。

2.2 浸炭条件

プラズマ浸炭は、大同特殊鋼㈱製のプラズマ浸炭炉 PMF323 にて行った。浸炭条件の模式図を Fig. 1 に示す。プラズマ浸炭は大別して 3 段階の処理から成る。ステップ 1 で、0.1Pa の真空下で試験片を均熱後、Ar と H₂ の混合ガスにより炉圧を 90Pa とし、グロー放電を生じさせて試験片表面の清浄化を図った。浸炭は、C₃H₈ と Ar ガスの混合ガスで炉圧を 133MPa に保ち、プラズマ電流密度を 1A/m² として行った。この一次浸炭は 1143K と比較的低温で行われるため、炭化物が浸炭層に均一に析出する。一部の試験片は、一次浸炭後に拡散処理を施し、炭化物径を微細化した。ステップ 2 では、炭化物を球状化させるために 923K まで炉温を下げた。二次浸炭は 1173~1193K の高温で行った。これにより一次浸炭で析出した球状炭化物を成長させるとともに、炭素の鋼中の心部方向への拡散を促して硬化層深さを確保した。二次浸炭後も一部の試験片には拡散処理を施した。ステップ 3 で、試験片を再度 923K に保持した後、焼入れのためのオーステナイト化温度まで昇温した。一度温度を下げることで、基地中の C 濃度は下がり、焼入れ後の過剰な残留オーステナイトの生成を防止できる。続いて均熱した試験片を 353K の油槽に真空雰囲気中で焼入れ

Table 1. Chemical compositions of test steels.

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
SCM420	0.20	0.26	0.84	0.018	0.013	0.09	0.08	1.19	0.15
New grade	0.18	0.50	0.30	0.007	0.013	0.02	0.03	2.24	0.40

Fig. 1. Plasma carburizing heat cycle.

P: Cleaning, C: Carburizing, D: Diffusion

た、Fig. 2 にプラズマ浸炭条件を示す。処理パターン 8 については、一次浸炭後に温度を下げず直ちにステップ 2 の高温浸炭を施した。SCM420 にはガス浸炭を施した。焼もどしは、いずれの浸炭材とも 433K で 2 時間保持後、空冷で行った。

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、マイクロ組織、炭素濃度を調べた。硬さ試験はピッカース硬度計を使用し、測定荷重は 2.94N とした。マイクロ組織は 1% ナイタル溶液にて腐食した試験片を光学顕微鏡および SEM にて観察した。炭素濃度は、焼なましした試験片の切り粉を表面から 0.1mm 深さまで採取し、赤外線吸収法により分析した。

2.4 疲れ試験

曲げ疲れ試験は小野式回転曲げ疲れ試験片を用いて行った。平滑試験は JIS Z 2274 に準拠して作製した。直径 8mm の平行部を #1200 のエメリーペーパーで研磨後、2.2 の浸炭処理を施し、浸炭ままの表面状態で試験に供した。さらに応力集中係数 2.84 の切欠き試験片も作製して、切欠き感受性の有無を調べた。

3. 結果

3.1 炭化物形態

炭化物を強調するために、基地と炭化物とのコントラストを高めて撮影した SEM 写真例を

Photo. 1 に示す。サブミクロンから数ミクロンの大きさの炭化物が均一に析出している。処理番号 1～3 は二次浸炭後の拡散時間を変化させたものである。拡散処理により炭化物は分断されるとともに、再固溶のため炭化物析出量が減少していくことがわかる。処理番号 5 では、一次浸炭後に拡散を施し、ここで析出する炭化物を微細化させるとともに、続く二次浸炭の温度も低めに設定することで炭化物の粗大化を抑えた。一次浸炭後の拡散時間を延長し、二次浸炭後にも拡散を施した処理番号 7 では、サブミクロンの炭化物のみが析出している。一方、一次浸炭後直ちに二次浸炭を行った処理番号 8 では、やや棒状の粗大な炭化物が多く観察される。表面から 50 μ m 深さの SEM 観察写真を画像解析し、炭化物平均径と面積率で整理した結果を Table 2 に示す。平均径は 0.6～1.8 μ m、面積率は 9～40% と変化させることができた。回転曲げ疲れ試験片には、これらの浸炭条件で処理を施した。

3.2 回転曲げ疲れ試験結果

3.2.1 浸炭特性

回転曲げ疲れ試験片の浸炭特性を Table 3 に示す。表面硬さは 750HV 以上が得られた。有効硬化層深さは 0.8～1.4mm である。残留オーステナイトは 18～24% とほぼ等しい。試験片長手方向の表面残留応力は、いずれも圧縮応力であり、やや粗大炭化物の析出量が多い試験片の方が高い。表面

Fig. 2. Plasma super carburizing heat cycles for fatigue specimens. P: Cleaning, C: Carburizing, D: Diffusion

$20\ \mu\text{m}$

Photo. 1. Carbide morphology of plasma super carburized new grade steel.
The number under each photo is the carburizing heat cycle number.

Table 2. Carbide size and area fraction of plasma super carburized new grade steels.

Carburizing cycle No.	1	2	3	4	5	6	7	8
Average diameter (μm)	1.8	1.5	1.3	1.2	1.0	1.2	0.6	1.7
Area fraction (%)	40	31	20	33	38	38	9	37

Table 3. Carburizing properties of rotating bending fatigue specimens.

Carburizing cycle	No.	1	2	3	4	5	6	7	8
Hardness at 0.05mm depth	(HV)	803	799	764	796	752	814	752	816
Hardness at the core	(HV)	458	425	442	439	427	430	458	452
Effective case depth	(mm)	1.40	1.15	1.10	0.90	0.90	1.05	0.80	1.15
Retained austenite	(%)	22.4	18.6	20.9	20.9	23.5	20.3	20.6	19.9
Residual stress*1	(MPa)	-318	-156	-109	-151	-88	-276	-120	-366
Surface carbon content*2	(mass%)	2.10	1.84	1.32	1.99	1.77	2.12	1.05	2.44

*1 Residual stress was measured longitudinally.

*2 25mm diameter specimens were prepared. Chip which was cut from the surface to 0.1mm was analyzed.

から400 μm 深さまでの残留応力測定により、表面の圧縮応力が最も高く、心部にかけて100~200 MPaの圧縮応力で推移することを確認した。

Photo. 2にミクロ組織を示す。粒界酸化は全く認められない。また、炭化物周囲に不完全焼入れ組織は観察されず、良好な浸炭組織を有していることがわかる。

3.2.2 疲 れ 特 性

Fig. 3に回転曲げ疲れ試験結果を示す。平滑、切欠き材とも時間強度がやや低く高サイクル域の疲れ強度が高いS-N曲線となっている。この傾向は炭化物形態にはよらない。10⁷回疲れ限度を炭化物面積率で整理した結果を**Fig. 4**に示すが、面積率によらずほぼ一定の疲れ限度になることがわかる。すなわち、本実験範囲では、炭化物形態は曲げ疲れ特性に影響を与えないことが判明した。

疲れ起点近傍のSEM破面観察例を**Photo. 3**に示す。共析浸炭材の破面に一般的に見られる、破壊起点の周囲のき裂伝播域^{[14), [15]}、高濃度浸炭材でも観察された。このことは、疲労の初期き裂が発生しても、炭化物がその伝播を助長させないことを示唆している。

Photo. 2. Optical micrograph of plasma super carburized new grade steel. The white layer over the surface is Ni plating for surface preservation.

Fig. 3. Results of rotating bending fatigue tests.

Fig. 4. Comparison of 10^7 cycle fatigue limits.

4. 考 察

4.1 炭化物形態と浸炭条件

プラズマ浸炭が炭化物形態を変化させるために極めて有効な表面処理方法であることがわかった。浸炭条件から炭化物の径や析出量が予測できれば、炭化物の形態制御が可能になろう。そこで、浸炭期と拡散期とのCの拡散挙動から浸炭のパラメーターを定義し、炭化物形態の予測を試みた。

炭化物形態は炭化物の形成、成長、再固溶、消失の結果として観察され、これら炭化物の挙動は、

Photo. 3. SEM fractograph of rotating bending fatigue specimen.

炭素の拡散が律速していると考えられる。そこで、処理条件における浸炭と拡散の効果を、Cの移動距離 L をパラメータとして定量化し、観察された炭化物形態との関係を調べることにした。

時間 t (sec) 当りの炭素移動距離 L (m) と拡散係数 D (m^2/s) との関係は

$$L = (2Dt)^{1/2} \dots\dots\dots(1)$$

と表せる。拡散係数をオーステナイト中のCの拡散の活性化エネルギー¹⁶⁾、振動数項¹⁷⁾で表し、炭素移動距離を処理温度 T (K) と時間 t で書きなおすと、次のようになる。

$$L = (9.4 \times 10^{-5} \exp(-16800/T) \times t)^{1/2} \dots\dots\dots(2)$$

ここでは、活性化エネルギーとして140kJ/molを

用いた、(2)式に一次浸炭と二次浸炭における浸炭期と拡散期の温度と時間を代入し、それぞれ炭素移動距離 L [C] と L [D] とを求めた。Fig. 2 の浸炭条件のうち、処理番号5～8については温度を上げながら、浸炭あるいは拡散を施している。これらについては昇温開始温度と昇温終了温度の平均値をとり、(2)式に代入する温度とした。

浸炭時に雰囲気から鋼内部へのCの侵入量が増して基地のC濃度が高くなれば、炭化物形成とその成長は増長され、拡散時に雰囲気からCの供給が止まり、心部方向へCが拡散するために基地のC濃度が低くなれば、炭化物の再固溶、消失が促されることが推察される。すなわち、浸炭期と拡散期が炭化物形成にはそれぞれ反する効果をもたらすことから、炭化物形態制御パラメーター K を次のように定義した。

$$K = L [C] - L [D] \dots\dots\dots(3)$$

表面から50 μm 深さまでの炭化物の平均径および面積率と K との関係を図5に示す。炭化物径、面積率とも K の増加とともに高くなる傾向にある。しかし、炭化物面積率データのうち点線で囲まれた値は飛び抜けて高い。これらはPhoto. 2の処理番号5、6に示す組織に相当し、サブ μm オーダーの微細炭化物が多量に析出している。

予備実験を行い、浸炭または拡散後、温度を低下させずに直ちに焼入れした試験片では、 μm オーダー以下の微細炭化物がほとんど観察されない

ことを確認している¹⁰⁾。すなわち、本実験で見られたサブ μm オーダーの炭化物は、浸炭または拡散後、温度を下げ恒温保持するステップ中に析出したものである。このため、同ステップを考慮していないパラメーター K では、微細炭化物を含む面積率を十分に表せなかったものと考えられる。

そこで、1 μm 径以上の炭化物について、その平均径と面積率を K で整理した(Fig. 6)。両者とも K と良い相関があり、 K により炭化物形態を予測できることがわかった。なお、微細炭化物の形態を併せて予測することが、今後の課題である。

4.2 疲れ挙動に及ぼす炭化物の役割

本実験で、炭化物形態を大きく変化させても曲げ疲れ特性にはその影響が小さいことがわかった。本節では、曲げ疲れ特性が炭化物形態に鈍感な理由を検討した。

Photo. 4にミクロ組織のSEM観察結果を示す。写真(a)は μm オーダーの炭化物によりマルテンサイトラスはブロックされ、パケット単位が微細化している。これにより、疲労によるすべり帯が形成されにくくなることが推察される。(b)はサブ μm オーダーの炭化物を示すが、これらは組織の微細化には寄与していない。しかし、基地に多量に分散されているために、すべり帯を分散させる効果があると考えられる。すなわち、析出炭化物は、その大きさにより作用の仕方は異なるものの、いずれもき裂の発生を遅滞させるものと考え

Fig. 5. Relationship between carbide morphology and carburizing parameter K .

Measured carbide size: All size

Fig. 6. Relationship between carbide morphology and carburizing parameter K .

Measured carbide size: Larger than 1 μm

Photo. 4. SEM micrographs taken from the case of plasma super carburized new grade steel.

られる。そして疲労き裂が発生した後も、比較的大きな炭化物自体はき裂伝播を停留させたり、微細炭化物はき裂の進行に対する障害となることが予測される。本実験では、破面観察によりこれらの効果を明らかにできなかった。しかし、高濃度浸炭材と共析浸炭材の疲労き裂の伝播速度を調べた実験では、疲労の第1および第2段階のき裂伝播速度は、高濃度浸炭材の方が小さいことが示されている¹⁹⁾。

すなわち、浸炭層中の炭化物はその形態によらず、疲労き裂の発生と初期伝播を効果的に遅滞させ、特に高サイクル域での高い曲げ疲れ特性に寄与したものと考えられる。

5. 結 言

処理条件を変えてプラズマ高濃度浸炭を施した試験片を作製し、ミクロ組織および曲げ疲れ特性を評価した結果、次のことが明らかになった。

(1) プラズマ浸炭の浸炭期と拡散期を調整することにより、炭化物形態を変化させることができた。また、浸炭期と拡散期のCの移動距離を用いて、その形態を予測できることがわかった。

(2) 曲げ疲れ特性に炭化物形態の影響は小さいことが判明した。析出炭化物によって、疲れき裂の発生時期や初期き裂伝播は遅滞するものと思われる。

(文 献)

- 1) 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
- 2) 木村利光, 並木邦夫: 電気製鋼, 63 (1992), 4
- 3) T. Kimura and K. Namiki: Heat & Surface '92, 8th International Congress Book, Kyoto (1992), 519
- 4) T. Kimura, A. Hatano, N. Uchiyama, M. Yoshida and S. Asano, SAE Technical Paper Series, (1994), 940727
- 5) R. F. Kern: Heat Treating, (1986), October, 36
- 6) 斉藤 卓, 佐久間健人, 西澤泰二: 日本金属学会誌, 40 (1976), 1164
- 7) 千葉 昂, 斉藤 卓, 山口圭司: 日本金属学会誌, 47 (1983), 321
- 8) 千葉 昂, 藤田敬太郎, 桜木彰彦: 日本金属学会誌, 45 (1981), 1151
- 9) 千葉 昂, 斉藤 卓, 高山武盛, 郝 士 明, 西澤泰二, 鉄と鋼, 67 (1981), A61
- 10) 郝 士 明, 高山武盛, 西澤泰二: 日本金属学会誌, 45 (1981), 1195
- 11) 内藤武志, 木林靖忠, 中村浩三: 熱処理, 26 (1986), 157
- 12) 阿部吉彦: 金属材料, 16 (1976), 77
- 13) T. Kimura and S. Nakamura: 9th International Congress on Heat Treatment & Surface Engineering, Nice (1994) 印刷中
- 14) C. A. Apple and G. Krauss: Metal. Trans., 4 (1973), 1195
- 15) K. Namiki and K. Isokawa: Trans. ISIJ, 26 (1986), 642

- 16) C. Wells, W. Batz and R. F. Mehl: Trans. Metall. Soc. AIME, 188 (1950), 553
- 17) 金属データブック: 日本金属学会, (1984), 26
- 18) 柚木良太: 大同工業大学卒業論文, (1993)
- 19) 山田修司: 九州工業大学修士論文, (1991)