X線回折環分析装置によるピーリング損傷の評価

嘉村 直哉* 藤田 工* 佐々木 敏彦**

Evaluation of Peeling by Using an Analyzer of X-Ray Diffraction Ring

by

Naoya KAMURA*, Takumi FUJITA* and Toshihiko SASAKI**

This paper introduces the evaluation of rolling contact fatigue (RCF) under insufficient lubrication condition for carbonitrided bearing steel, JIS SUJ2.

The progression of RCF was evaluated based on equivalent stress, retained austenite and the degree of martensite grain orientation which were characterized by three parameters: σ_{eq} , γ_R and S/S_0 , respectively. We calculated σ_{eq} using a tri-axial residual stress obtained by the Sasaki-Hirose method. The S/S_0 was defined as the variation of peak intensities for the central angle of the X-ray diffraction ring. In order to confirm quantitativity of γ_R , two types of X-ray devices were used. These parameters were compared with specimens subjected to standard heat treatment of SUJ2. As a result, the following knowledge was obtained.

Carbonitride caused larger residual stresses and delayed the beginning of increasing of S/S_0 . In addition, the peeling area ratio at the number of cycles of 10^6 was smaller as compared with standard heat treatment specimen. Furthermore the γ_R remained until the end of the test. These results were due to the effect of nitrogen dissolved in steel.

Key words:

Rolling contact fatigue, Peeling, Rolling bearing, SUJ2, X-ray stress measurement, X-ray diffraction ring, Tri-axial stress, Retained austenite, Carbonitride

1 緒 言

ピーリング損傷とは、希薄潤滑の状態では表面粗さの突起が直接接触することで生じる、表面起点型転動疲労損傷の一種である。これまでに、著者らはピーリング損傷に至る転動疲労の進行過程を、2次元検出器を有するX線残留応力測定装置を用いて調査し、転動疲労が表面の残留応力の変化と結晶配向をともしう現象であることを明らかにするとともに、ピーリング損傷がせん断モードで進行している可能性を示した^{1),2)}。

近年、低粘度潤滑油の使用などにより転がり軸受の使用環境は苛酷化している。そのような使用環境での短寿命を防ぐために様々な材料開発が行われてきた。軸受用鋼では、合金成分や熱処理の変更によってその対策をとることが多く、熱処理の変更をする場合の多くは浸炭窒化処理を基本にした処理を行う^{3),4)}ため、転がり軸受にとって浸炭窒化処理は重要な技術である。そこで、本報では浸炭窒化処理を施した試験片に対して同様の分析を行い、熱処理の違いがX線測定値に及ぼす影響を調査したのでその結果を報告する。

2 二円筒転動疲労試験

2.1 実験条件

試験はFig. 1 (a)に示す二円筒試験機を用いて、駆動側の試験片を回転し、試験片間に発生する摩擦で従動側の試験片を転動させる純転がり条件で行った。試験片の表面は駆動側を鏡面、従動側を粗面に仕上げたので、以下ではそれぞれ鏡面側、粗面側と呼称する。潤滑油は、無添加タービン油(VG32)を染み込ませたフェルトパッドを回転中の試験片に接触させて供給した。

Table 1に試験条件を示す。試験片の材質はJISの軸受鋼2種(SUJ2)である。条件Aでは、鏡面側に浸炭窒化処理、粗面側に標準的な焼入焼戻処理を施した試験片を用いた。窒素はオーステナイトを安定化する効果がある⁵⁾ので、試験前の条件Aの鏡面側試験片の残留オーステナイト量は条件Bより多かった。なお、条件Bは前報¹⁾で実施した試験であり、鏡面側、粗面側ともに標準的な焼入焼戻処理を施した試験片を用いている。

試験片形状Fig. 1 (b)のような $\phi 40 \times t12$ の円筒形状で、軸方向の曲率半径は鏡面側が ∞ (ストレート)、粗面側が60 mmである。ピーリング損傷は表面粗さが小さい

† 原稿受理 平成29年12月8日 Received Dec. 8, 2017 ©2018 The Society of Materials Science, Japan

* NTN(株) 先端技術研究所 〒511-0867 桑名市陽だまりの丘

NTN Corporation Advanced Technology R&D center, Hidamarinooka, Kuwana 510-0867.

** 正会員 金沢大学大学院 自然科学研究科 〒920-1192 金沢市角間町

Graduate School of Natural Science & Technology, Kanazawa University, Kakuma-machi, Kanazawa 920-1192.

側に発生する⁶⁾ため、X線測定による転動疲労の評価は鏡面側試験片で実施した。なお、ピーリング損傷の程度を定量化するため、光学顕微鏡視野内に存在するはく離部分の面積の割合（ピーリング面積率）を鏡面側試験片表面で測定した。

(a) RCF test rig.

(b) Test specimens.

Fig.1 Schematic drawings of RCF test.

Table 1 Conditions of two-cylinder type test.

		Condition A	Condition B
P_{max} , GPa		2.77	
Rotation speed, min^{-1}		500	
R_q , μm	Driving	0.020	0.022
	Driven	0.895	0.987
Heat treatment	Driving	Carbonitrided	Standard
	Driven	Standard	
Retained austenite of driving specimen, %		32	8.2
Oil film parameter (A)		0.3	

2. 2 X線測定条件

X線測定にはパルステック工業(株)製 μ -X360を使用した。この装置はX線検出器にイメージングプレート(Imaging Plate; IP)を使用しており、回折環全周の情報が単一入射で得られるので短時間で結晶配向の状態が評価できる。また回折X線の ψ 方向の走査が不要なため $\sin^2\psi$ 法と比較して短時間で応力解析が可能である。測定条件をTable 2に示す。残留応力測定の際は K_β カットフィルタを使用しなかった。残留応力解析には3方向からのX線入射で三軸応力が得られる佐々木-廣瀬法⁷⁾を用いた。測定の際はFig. 2に示す座標系をとり、

$\psi_0=30\text{ deg}$ で $\phi_0=0, 90\text{ deg}$ の2方向と、 $\psi_0=0\text{ deg}$ で $\phi_0=0\text{ deg}$ の1方向の計3方向からX線を入射した。

三軸残留応力解析に用いる無応力状態での回折角($2\theta_0$)は、条件Bと同じ熱処理を施したSUS2製のコロをやすりがけにより粉末にして巨視的応力を除去したものを焼なましせずに試料とし、Nelson-Rileyの外挿関数⁸⁾で得られる格子定数 d_0 から算出した。測定条件をTable 3に示す。使用した装置は(株)リガク製Smart Labで、特性X線はCo-K α 線、 K_β カットフィルタは鉄を使用した。Fig. 3に外挿関数のプロットを示す。Fig. 3から求めた d_0 は0.28677 nmであり、この値から算出したCr-K α 線の $2\theta_0$ は156.158 degとなった。なお、外挿法に使用した回折面は α' -Fe(200), (211), (220)で、(110)は γ -FeおよびFe₃Cのピークと重なるため解析には使用しなかった。

残留応力測定と同時に残留オーステナイト量測定も実施した。測定条件をTable 4に示す。管電圧、管電流およびX線照射径は残留応力測定と同様である。なお、 K_β カットフィルタにはバナジウムを用いた。

転動接触面の結晶配向の程度を定量的に評価するためのパラメータとして、X線回折環の不均一さ S/S_0 を定義する。ここで、 S はFig. 4に示すようにデバイリングの中心角 α に対する回折強度の標準偏差であり、 S_0 は試験前の S の値とした。

Table 2 X-ray stress measurement conditions.

Characteristic X-ray	Cr-K α
Diffraction (hkl)	α' -Fe (211)
Filter	None
$2\theta_0$, deg	156.158
Tube conditions	30 kV, 1 mA
X-ray irradiated area, mm	$\phi 2$
Incident angle ψ_0 , deg	0, 30
Exposure time, s	72

Table 3 Lattice constant measurement conditions.

Characteristic X-ray	Co-K α
Diffraction (hkl)	α' -Fe (200), (211), (220)
K_β filter	Fe
Tube conditions	40 kV, 135 mA
X-ray irradiated area, mm	$\phi 1.5$

Fig. 2 Coordinate system in X-ray stress measurement for driving specimen.

Fig. 3 Plots of Lattice constant against $(\cos^2\theta/\sin\theta + \cos^2\theta/\theta)$.

Table 4 Retained austenite measurement conditions for X-ray diffraction ring analyzer using two diffraction planes.

Characteristic X-ray	Cr-K α
Diffractions (hkl)	α' -Fe (211) γ -Fe (220)
K β filter	V
Incident angle ψ_0 , deg	0
Exposure time, s	90

Fig. 4 Standard deviation S of the diffraction ring intensities at the central angle α .

3 実験結果

3.1 表面の損傷状態

Fig. 5 に条件Aと条件Bの試験後 (負荷回数 1×10^6 回) の鏡面側試験片転動面の光学顕微鏡写真をそれぞれ示す。条件Aは条件Bに比べてピーリング損傷が少なく, ピーリング面積率は条件Aで 0.074 %, 条件Bで 2.5 % であった。

(a) Condition A

(b) Condition B

Fig. 5 Optical microscopy images at RCF surface for driving cylinders.

3.2 X線回折環

Fig. 6 に条件 A, Fig. 7 に条件 B の試験前後の X 線回折環を示す。条件 A の試験前のバックグラウンドが高くなっているのは, γ -Fe(311) の回折が強いためである。試験後の回折強度分布を Fig. 8 に示す。条件 A の回折強度が条件 B に比べて全体的に低いのは, 後述のように条件 A は残留オーステナイトや析出物の影響で α' -Fe(211) の回折強度が相対的に低下していることや, 両者の疲労進行度に差があるためである。また, 条件 A, 条件 B ともに結晶配向の影響で回折強度分布が不均一になっており, $\alpha = 200$ deg および $\alpha = 340$ deg 付近の回折が強くなっていることがわかる。Fig. 9 に負荷回数と S/S_0 の関係を示す。条件 A は負荷回数 10^4 回, 条件 B は負荷回数 10^3 回以降に S/S_0 が増加した。負荷回数 10^6 回での S/S_0 は条件 B のほうが大きくなった。

(a) Before testing

(b) 10^6 cycles

Fig. 6 Diffraction rings of the testing condition A.

(a) Before testing

(b) 10^6 cycles

Fig. 7 Diffraction rings of the testing condition B.

Fig. 8 Diffraction intensity distributions at 10^6 cycles. Fig. 9 Relationships between S/S_0 and the number of cycles.

3. 3 残留応力

試験前の鏡面側試験片表面の残留応力を Table 5 に示す。研磨により形成される圧縮残留応力は条件 A と条件 B でほぼ等しかった。なお、条件 B の残留応力は Fig. 3 から求めた d_0 を用いて再計算したため、垂直応力成分が前報¹⁾で示した値と異なっている。

垂直応力成分の負荷回数による変化を Fig. 10 に示す。条件 B のピーリング損傷の起点となる微小き裂とピーリング損傷の増加に起因する応力解放(負荷回数 2×10^5 回)まで、両条件の垂直応力には大きな差は見られなかったが、 σ_x 、 σ_y は条件 A の方が大きい圧縮残留応力となる傾向があった。なお、せん断応力については図示しなかったが、その値に条件 A と条件 B で大きな差は無く、試験中も ± 100 MPa 以内の変化しかなかった。

転動中の残留応力が軸受鋼の降伏応力に対してどの程度に達しているかについて評価するため、3 軸の残留応力から相当応力 σ_{eq} を計算した。負荷回数に対する相当応力の変化を Fig. 11 に示す。条件 B では 10^3 回の負荷で相当応力が飽和し、1073 MPa となった。一方、条件 A は 5×10^3 回で相当応力がいったん飽和し、その値は 1152 MPa で、条件 B の飽和した値と比較して 7.4 % 大きい。その後、条件 B では上記の応力解放が発生するまで相当応力が増加した。

Table 5 Residual stresses before testing.

Testing condition	σ_x	σ_y	σ_z	τ_{xy}	τ_{xz}	τ_{yz}	σ_{eq}
A	-1066	-1175	-607	57	32	-4	534
B	-1023	-1056	-516	36	5	-10	528

Fig. 10 Relationships between residual stresses and the number of cycles.

Fig. 11 Relationships between equivalent stresses σ_{eq} and the number of cycles.

3. 4 残留オーステナイト

Fig. 12 に負荷回数と残留オーステナイト量の関係を示す。試験前の残留オーステナイト量は、条件 A が 32 %、条件 B が 8.2 % であった。条件 B では 10^3 回の負荷で残留オーステナイト量はほとんど 0 となった。疲労の進行によって残留オーステナイトが増加することはないので、 2×10^4 回以降は条件 B の残留オーステナイト量測定を省略した。条件 A は、負荷回数 5×10^3 回時点で 15.6 %、試験終了時点でも 6.6 % の残留オーステナイトが検出された。

Fig. 12 Relationships between retained austenite and the number of cycles.

3. 5 残留オーステナイト定量性の評価

前項の残留オーステナイト量は α' -Fe(211)と γ -Fe(220)の回折線の積分強度比から得られた値である。しかしながら、軸受鋼に浸炭窒化処理を施すと、通常の焼入をしたものに比べて炭窒化物などの析出物が多くなる⁹⁾。したがって、浸炭窒化処理品については炭窒化物の回折線が α' -Fe(211)と γ -Fe(220)の回折線と重畳している可能性があり、残留オーステナイトの定量性の悪化が懸念されたため、上記2つ以外の回折線も用いた測定を実施した。

測定条件を Table 6 に示す。使用した装置は格子定数の測定と同じく、Rigaku 社製 Smart Lab である。事前の定性分析により、 Fe_3C の回折線が α' -Fe(211)の裾に重なることがわかっている。なお、定性分析時に窒化物の回折線は検出されず、また Fe_3C の回折強度は試験前後でほとんど変化していないことがわかったため Fe_3C のピークは解析の際に考慮せず、 γ 相の体積分率を求めた。測定は試験前および 10^6 回負荷後（試験後）の転動接触部最表面について実施した。測定の際には試料を面内に回転させ配向の影響を緩和した。 γ 相の体積分率は次式¹⁰⁾で計算した。

$$V_\gamma = \frac{1}{\left\{ \frac{I_{\alpha'} R_\gamma}{I_\gamma R_{\alpha'}} + 1 \right\}} \times 100 \quad (1)$$

ここで、

V_γ : γ 相の体積分率(%)

$I_{\alpha'}, I_\gamma$: α' 相, γ 相の積分強度

$R_{\alpha'}, R_\gamma$: α' 相, γ 相の単位体積あたりの理論回折強度

Fig. 13 に測定で得られた回折プロファイルを示す。試験前後のプロファイルを比較すると、試験後は γ 相の各回折面の回折強度が低下していることから、転動疲労によって残留オーステナイト量が減少していることがわかる。これらのプロファイルから各相を定量した結果を Table 7 に示す。 μ -X360 の測定値については、回折環全周から得られる 500 個の測定データの標準偏差 (1σ) を求めて信頼限界とした。Table 7 より、2 つの装置で測定した値はおおよそ一致しており、Fig. 12 における条件 A の残留オーステナイトの変化に及ぼす Fe_3C のピークの重なりの影響は考慮する必要が無いと判断した。

Table 6 Measurement conditions for evaluation of quantification of retained austenite using multiple diffraction.

Characteristic X-ray	Co-K α
Diffraction (hkl)	α' -Fe (200), (211) γ -Fe (200), (220), (311)
K β filter	Fe
Tube conditions	40 kV, 135 mA
X-ray irradiated area ,mm	$\phi 1.5$

Fig. 13 X-ray diffraction patterns of before and after RCF.

Table 7 Comparison of retained austenite measured by two diffraction method and multiple diffraction method.

	Two diffraction	Multiple diffraction
Before RCF	32 ± 2.2%	33 %
After RCF (10 ⁶ cycles)	6.6 ± 1.7%	7 %

4 考 察

4. 1 残留応力の変化

両条件とも試験開始直後から残留オーステナイトが減少していくが、これは加工誘起変態によるものである。オーステナイトからマルテンサイトへ変態すると体積膨張が起こる。また、表面粗さ突起の接触による塑性変形でマルテンサイトにも圧縮応力が生成されるため、両条件とも試験の初期段階では圧縮残留応力が増加する。条件 A の負荷回数 5×10^3 回時点での相当応力が条件 B に比べて大きくなったのは、残留オーステナイトが多く存在していたため加工誘起変態による圧縮残留応力の増分が大きかったことと、浸炭窒化で固溶した窒素の効果で降伏点が上昇したため¹¹⁾と考えられる。

条件 A では、負荷回数 10^6 回でのピーリング面積率が小さかったが、これは浸炭窒化品の圧縮残留応力の増加が表面の塑性変形(き裂の発生)とその後の進展を抑制している可能性が考えられる。今後、両者の表面の塑性変形の状況やき裂進展の違いを調査し、X 線分析の結果との関係性を議論していく必要がある。

4. 2 残留オーステナイトの変化

条件 B では負荷回数 10^3 回以降, 残留オーステナイトがほぼ 0 になった. それに対して, 条件 A では負荷回数 5×10^3 回時点で 15.7 %の残留オーステナイトが存在しており, 10^6 回負荷後も 0 にはならなかった. 条件 A では, 条件 B と同様に, 圧縮残留応力による塑性変形の抑制効果を超えて, 結晶配向が進行するほどの高い接触応力の繰返しが続いている. それにもかかわらず, 条件 A では, 条件 B よりも 3 けた以上多い負荷回数でも, 残留オーステナイトはすべて加工誘起変態しきらない. これは, 浸炭窒化処理で固溶した窒素によって残留オーステナイトが加工誘起変態に対して安定になったことを示唆している.

4. 3 X線回折環の不均一さ (S/S_0) の変化

条件 A では条件 B に比べて S/S_0 が増加し始める時期が遅かった. 条件 A は残留オーステナイトが多く存在しているため疲労の過程においてマルテンサイトの結晶格子が受ける変形が条件 B に比べて小さくなり¹²⁾, 結晶配向の開始が遅延されたものと推察する. また, 析出物および結晶格子間に侵入した炭素と窒素により転位の移動が阻害されること¹³⁾で, 結晶格子の回転が生じにくくなったことも条件 A の結晶配向の進行に影響していると考えられる. なお, S/S_0 は配向の方位については評価できないパラメータなので, 今後は方位の情報を含んだパラメータによる結晶配向の定量化方法を検討する.

5 結 言

浸炭窒化処理した軸受鋼製円筒試験片 (浸炭窒化品) を作製し, 希薄潤滑条件での転動疲労の進行を X 線分析で評価した. その結果, 以下の知見が得られた.

- 1) 浸炭窒化品では, 標準熱処理した試験片に比べて大きい圧縮残留応力が生成され, 相当応力で比較すると 7.4 %大きかった. 浸炭窒化品は残留オーステナイト量が多いため, 加工誘起変態による膨張量が多いことに加え, 窒素の固溶によって降伏点が上昇したことが原因と考えられる.
- 2) また, 負荷回数 10^6 回でのピーリング面積率が標準熱処理した試験片に比べて小さかった. 浸炭窒化による圧縮残留応力の増加が表面粗さ突起の接触による表面の塑性変形(き裂の発生)とき裂発生後の進展を抑制している可能性が考えられる.
- 3) 浸炭窒化品では, 試験終了まで残留オーステナイトが残存しており, 加工誘起変態に対する残留オーステナイトの安定性が高かった.
- 4) 浸炭窒化品では, 標準熱処理した試験片に比べて X 線回折環の不均一さの変化が小さかった. 残留オーステナイトと固溶元素の効果で結晶配向の進行が遅延された可能性が考えられる.

参 考 文 献

- 1) N. Kamura, T. Fujita and T. Sasaki, "Effect of residual stress on peeling of rolling bearings ", Proceedings of The 50th Symposium on X-Ray Studies on Mechanical Behaviour of Materials, pp.21-24(2016).
- 2) T. Fujita, N. Kamura, Y. Maruyama and T. Sasaki, "Evaluation of rolling contact fatigue using X-ray diffraction ring", Materials Performance and Characterization, Vol. 5, No. 1, pp. 23-37(2016).
- 3) H. Kurabe and T. Araki, "Rolling fatigue characteristics of carburized or carbonitrided 1%Cr Steel at Elevated Temperatures", Tetsu- to-Hagane, Vol.53, No.11, pp.151-154 (1967).
- 4) C. Ooki, "Improving rolling contact fatiguelife of bearing steels through grain refinement ", SAE Technical Paper, 2004-01-0634(2004)
- 5) D. P. Koistinen, "The generation of residual compressive stresses in the surface layers of through-hardening steel components by heat treatment", Transactions of ASM, Vol.57, pp.581-588(1964).
- 6) M. Tokuda, S. Ito and H. Muro, "Evaluation of lubricants by a peeling test ", Journal of Japanese Society of Tribologists, Vol. 22, No.6, pp.347-351(1977).
- 7) T. Sasaki, S. Takahashi, K. Sasaki and Y. Kobayashi, "A study on improvements in multiaxial stress analysis with area detector type diffraction method", Transactions of The Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.75, No.750, pp.219-227(2009).
- 8) J. B. Nelson and D. P. Riley, "An experimental investigation of extrapolation methods in the derivation of accurate unit-cell dimensions of crystals", Proceedings of the Physical Society, Vol.57, No.3, pp.160-177(1945).
- 9) N. Mouri and K. Taguchi, "Improvement of wear resistance by heat treatment for carburizing steel", NTN Technical Review, No.76, pp.17-22(2008).
- 10) N. D. Cullity, "Element of X-ray diffraction (new edition)", Translated by G. Matsumura, pp.374-385 (1980) Agne.
- 11) S. Takeuchi, "On the substitutional solid-solution strengthening in iron alloys", Tetsu- to-Hagane, Vol.55, No.1, pp.69-83 (1969).
- 12) H. Hishiki, T. Hori, H. Kohno, H. Kawabe and M. Uemura, "The effect of retained austenite upon the life of steel balls", Journal of the Japan Society of Precision Engineering, Vol.44, No.11, pp.23-29(1978).
- 13) S. Takeuchi, "Kesshososeiron (crystal plasticity)", pp.148-182(2013)Uchida Rokakuho Publishing.