タフトライド処理鋼の疲労破壊に関する研究*

(組織および残留応力の変化について)

寺 沢 正 男** 吉 岡 靖 夫** 浅 見 克 敏***

Studies on the Fatigue Fracture of Tufftrided Steel (On the Changes in Microstructure and Residual Stresses)

by

Masao TERASAWA, Yasuo YOSHIOKA and Katsutoshi ASAMI
(Musashi Institute of Technology, Tokyo)

It is generally known that the tufftrided steel has a high fatigue resistance, and that the improvement of its fatigue property must depend on the residual stress on the surface and the formation of nitriding layer there.

In this paper, as a part of studies in series on the fatigue fracture of tufftrided steel, the changes in the microstructures and residual stresses due to the reversed stress were observed, and the results obtained are discussed.

Based on the experimental results, the conclusions are summarized as follows :

- (1) The number of slip lines due to cyclic stress is less than in the non-tufftrided steel specimen.
- (2) The plastic deformation due to the fracture is limited to the region nearest the fractured part on the surface.
- (3) No change has been observed in the residual stress on the surface of the layer during the fatigue process.
- (4) When the nitriding materials are precipitated on the diffusion layers by tempering, their endurance limit decreases as compared with the case where there is no precipitation on the tufftrided steel, and there is scattering of intensity of the materials variable with time.

(Received Aug. 14, 1968)

1 緒 言

著者らは前に表面硬化法の一種であるタフトライド処理を施した鋼の疲労破壊に関する研究を行ない、この処理による疲労強度向上の一因子と考えられる表面圧縮残留応力については、その大部分が塩浴処理後の水冷により生じた熱応力によるものであること、またこの残留応力が回転曲げ繰返し応力によりほとんど減少しないことなどを明らかにした。また、その他の因子として考えられる表面近傍での化合物層、拡散層の生成については、化合物層が ϵ -窒化物(Fe_3N)と微量の γ' -窒化物(Fe_4N)とから成ること、拡散層が窒素の過飽和固溶体であり、拡散層での窒化物の析出は悪影響を及ぼすものと思われることなどを指摘した。しかし、これらの点に関してはさらに詳細な検討が必要と思われる。そして、タフトライド処理による鋼の強

化機構の解明には疲労過程における組織変化(すべり帯の発生、伝ば)の観察なども同時に必要である。

そこで本報では、タフトライド処理鋼の疲労過程における組織変化の観察、およびX線による表面残留応力とX線半価幅変化の測定を行ない、両者の関連性について検討することより、タフトライド処理の強化機構の解明を試み、あわせて疲労強度向上に寄与する因子についてもさらに検討を行なったので、その結果について報告する。

2 実 験 材 料

本実験に使用した材料はS15Cで、その化学組成をTable I に、試験片の形状をFig. 1 に示す。Fig. 1 (a)は平面曲げ繰返し応力による組織変化を、(b)は回転曲げ繰返し応力による表面残留応力の変化を、(c)は回転曲げ繰返し応力によるX線半価幅の変化を調べるのに用いた。各試験片とも機械加工による残留応力除去のため900°C、40分の真空焼なまし処理を行ない、その後タフトライド処理を施した。また、以後この焼な

* 原稿受理 昭和43年8月14日

** 正 会 員 武蔵工業大学 東京都世田谷区玉提

*** 学生会員 武蔵工業大学 東京都世田谷区玉提

Table I. Chemical composition of specimens used (%).

C	Si	Mn	P	S
0.14	0.36	0.42	0.007	0.015

Fig. 1. Shapes and dimensions of specimens used.

Table II. Composition of tufftriding salt bath (%).

KCN	KCNO	Na ₄ Fe(CN) ₆
46.3	45.5	0.05

まし処理のみでタフトライド処理しないものを無処理材と称する。

タフトライド処理に使用した塩浴の組成は Table II に示すもので、浴槽は空気吹込み式のチタンポットを用いた。タフトライド処理は 570℃、90分保持の塩浴処理後水中急冷を行なったものである。また、試験片(b)の一部は窒化物析出による変化を観察するためタフトライド処理後さらに真空炉中 300℃、60分保持後空冷の焼もどし処理を行なった。以後この試験片を焼もどし材と称する。

3 実験方法

3.1 疲労試験

組織変化の観察では 2kg-m の西原式平面曲げ疲労試験機を、表面残留応力および X 線半価幅変化では 10 kg-m の小野式回転曲げ疲労試験機を使用した。また、任意の繰返し途中での変化測定には疲労試験を中止し、試験機より試験片を取りはずして調べた後、ふたたび試験機に取り付けて繰返し応力を与えた。

3.2 組織変化の観察

板状試験片の疲労過程中的すべり帯の発生、伝ぱの観察は光学顕微鏡により行なった。観察部分は Fig. 1 (a)の斜線部分で、その面をダイヤモンドペーストにより研磨して化合物層を除去し、拡散層を露出させた後腐食して観察した。また、丸棒試験片の破断面を縦割りにし、その面を研磨、腐食して電子顕微鏡の二段レプリカ法によって観察した。観察面の腐食にはすべて

5%ピクリン酸溶液に少量の硝酸を加えたものを用いた。

3.3 残留応力測定

使用した特性 X 線は Cr-K α 線で、測定面は α 鉄 (211) 面である。測定装置は平行ビーム型計数管法で測定方法は $\sin^2\psi$ 法 (入射角 0°, 15°, 30°, 45°) によって行ない、ピーク位置測定には半価幅法を用いた。X 線照射面積は 2 mm (応力測定方向) $\times$ 5 mm である。この測定の際試験片の最表面にある化合物層は X 線の透過を妨げ、また予備実験を行なったところ、疲労強度 (腐食疲労は除く) にほとんど影響しないことが判明したので、電解研磨にて除去し、拡散層の表面残留応力の測定を行なった。

3.4 X 線半価幅測定

使用した特性 X 線、測定面は残留応力測定の場合と同様 Cr-K α 線、 α 鉄 (211) 面である。測定はフィルム法で行ない、撮影したフィルムを自動マイクロフォートメータにかけて得た回折強度線図より積分半価幅法によって求めた。測定の際やはり化合物層は除去し、均一な回折線リングを得るため、試験片は回転させた。スリット径は 1 mm ϕ である。また、試料-フィルム間距離は 60 mm である。

4 実験結果および考察

4.1 組織変化について

まず、板状試験片のタフトライド処理材と無処理材の $S-N$ 曲線を Fig. 2 に示す。タフトライド処理することにより、その疲労限は無処理材の疲労限 17 kg/mm² に比べ 39 kg/mm² と約 230% の向上が認められる。いま、この $S-N$ 曲線に基づき両材の破断繰返し数がほぼ同程度になる繰返し応力を選定し、その応力における任意の繰返し後の組織変化を観察した。

Fig. 2. $S-N$ curves of tufftrided and non-tufftrided specimens.

その観察結果を Fig. 3~6 に示すが、Fig. 3, 5 は無処理材、Fig. 4, 6 はタフトライド処理材である。Fig. 3, 4 は無処理材、タフトライド処理材とも 3×10^5 近辺で破断すると考えられる繰返し応力 (以後これらを高応力と称する) が、Fig. 5, 6 は、 3×10^6 近

Fig. 3. Observation of slip markings under reversed stressing for non-tufftrided specimen ($\sigma=27 \text{ kg/mm}^2$, $N_f=3 \times 10^5$, $\times 400 \times 2/5$).

Fig. 4. Observation of slip markings under reversed stressing for tufftrided specimen ($\sigma=52 \text{ kg/mm}^2$, $N_f=2.7 \times 10^5$, $\times 400 \times 2/5$).

Fig. 5. Observation of slip markings under reversed stressing for non-tufftrided specimen ($\sigma=20 \text{ kg/mm}^2$, $N_f=3.2 \times 10^6$, $\times 400 \times 2/5$).

Fig. 6. Observation of slip markings under reversed stressing for non-tufftrided specimen ($\sigma=40 \text{ kg/mm}^2$, $N_f=3 \times 10^6$, $\times 400 \times 2/5$).

辺で破断すると考えられる繰返し応力（以後これらを低応力と称する）が負荷された場合のすべり帯の様相を光学顕微鏡により観察した結果である。

このように、各すべり帯の様相をみると、無処理材とタフトライド処理材との間に著しい相違が認められる。つまり、両材ともそのすべり帯が特定の結晶粒内に発生し、ほぼ平行に走っている点は同じであるがすべり帯の数、幅および形などは明らかに異なっている。

無処理材では負荷された繰返し応力の高低にかかわらず、すべり帯は結晶粒内に発生し、繰返し数の増加とともに粒界に向かって進展し、数もふえ、幅も太くなってくる。特に、粒界に達したすべり帯の粒界付近が太くなってくる。一方、タフトライド処理材では同程度の繰返し数においても、そのすべり帯の数、幅は無処理材のそれに比べ著しく少なく、かつ細い。また、高応力が負荷された場合、そのすべり帯はやはり繰返

Fig. 7. Observation of slip markings under reversed stressing for tufftrided specimen which removed surface layer of 100μ ($\sigma=40\text{ kg/mm}^2$, $N_f=2.8\times 10^5\times 400\times 1/3$).

し数の増加とともに粒界に向かって進展するが、粒界に達したすべり帯は無処理材の場合と異なり、ほとんど太くなっておらず、これが低応力になると進展しないようである。

タフトライド処理材におけるこの一連の写真は、化合物層のみを注意して除去した試験片についてのものであるが、表面の研磨量を増して 100μ とした場合の表面の組織変化をみると、Fig. 7 ($\sigma=40\text{ kg/mm}^2$, $N_f=2.8\times 10^5$) に示すようなすべり帯の様相をみせ、Fig. 4 に比べすべり帯の数はふえている。しかし、無処理材に比べると数も少なく、幅も細く、かつ粒界付近に達したすべり帯も細いようである。

次に、無処理材およびタフトライド処理材の処女材と、繰返し数 10^5 近辺で破断した丸棒試験片の破断面を縦割りにし、その破断面および表面より約 1 mm 離れた部分を電子顕微鏡により観察した結果を、Fig. 8 に示す。

Fig. 8 (a)と(b)は無処理材とタフトライド材の処女材、(c)は破断した無処理材、(d)はタフトライド材、(e)は焼もどし材である。このように疲労した無処理材では面の凹凸が著しいのに対し、タフトライド処理するとそれがほとんどなく、疲労による変形がわずかであったと思われる。しかし、タフトライド材の破断面のごく近傍を観察してみると Fig. 9 に示すように、著しいマイクロクラックが認められ、タフトライド材においても破断面近くに局所的に変形が生ずるものと考えられる。また、焼もどし材では針状析出物 (Fe_4N)

Fig. 9. Observation of structures near the fracture surface by electron-microscope ($\times 4000\times 1/2$).

が認められる。

以上、光学、電子顕微鏡による組織変化の観察より、鋼にタフトライド処理を行なうと結晶粒が強化されて非常にすべりが起こりにくくなること、また、破断面近くのみ著しい変形がみられることなどが明らかになった。

4・2 残留応力について

残留応力測定に使用したタフトライド処理材と焼もどし材の $S-N$ 曲線を Fig. 10 に示す。この $S-N$ 曲線に基づきタフトライド処理材では 31.5 , 34.6 , 36.6 kg/mm^2 、焼もどし材では 31.5 , 32.0 , 33.6 , 35.6 kg/mm^2 の一定回転曲げ繰返し応力が負荷された場合の表面軸方向残留応力変化と繰返し数との関係を測定した結果をそれぞれ Fig. 11, 12 に示す。両材とも繰返し応力によりほとんど表面圧縮残留応力は減少せず、また、繰返し応力の大小（疲労限より大きい応力

Fig. 10. $S-N$ curves of tufftrided specimens and specimens tempered after tufftrided.

(a) Non-fatigue specimen annealed (d) Tufftrided specimen ($\sigma=40.7\text{ kg/mm}^2$)
(b) Non-fatigue specimen tufftrided (e) Tufftrided and tempered specimen ($\sigma=35.5\text{ kg/mm}^2$)
(c) Annealed specimen ($\sigma=29.5\text{ kg/mm}^2$)

Fig. 8. Observation by electron-microscope ($\times 4000\times 2/5$).

Fig. 11. Relation between residual stresses and number of stress cycles on tufftrided specimens.

Fig. 12. Relation between residual stresses and number of stress cycles on specimens tempered after tufftrided.

の場合でも)に影響されないようである。

次に Fig. 10 に示されたとおり, タフトライド処理材では $S-N$ 曲線を求められたが, 焼もどし材では時間強度にばらつきが生じ, 明りょうな $S-N$ 曲線を求めることが困難であった。そこで繰返し応力 $\sigma = 33.6$ kg/mm², 破断繰返し数 $N_f = 10^5$ で破断した試験片の破断面を縦割りにした面を電子顕微鏡により観察してみると, Fig. 13 に示すとおりである。この写真より 300°C, 60 分の焼もどし処理で Fe_4N が析出し, その析出物の回りに応力集中が起こり, 疲労破壊の原因となる微細なクラックの発生が認められ, そのために時間強度に著しいばらつきを生じたものと思われる。このように, タフトライド処理材における析出物の発生は緒言で述べた前報の結果と同様, 疲労強度向上に悪影響を及ぼすものと考えてよいようであるが, 今後さ

Fig. 13. Observation by electron-microscope on specimen tempered after tufftrided ($\times 8000 \times 1/2$).

らに焼もどしの処理条件を種々に変えた材料により研究を行なう予定である。

また, タフトライド処理材表面の圧縮残留応力が前報の 12 mm ϕ のものでは約 30 kg/mm² であったのに対し, 本報の 10 mm ϕ のものでは約 20 kg/mm² と 10 kg/mm² ほどの低下をみせている。これは直径が細くなったため塩浴処理後の水冷による熱応力の発生が減少したことによるものと思われる。このことと焼もどし材の残留応力がタフトライド処理材より小さいことから, タフトライド処理により生ずる表面圧縮残留応力の大部分はやはり熱応力によるものであることがわかる。

4・3 X線半価幅について

X線半価幅測定に使用した試験片の $S-N$ 曲線を Fig. 14 に示す。この $S-N$ 曲線に基づき, 疲労限 37 kg/mm² 付近の一定回転曲線繰返し応力 $\sigma = 36, 38$ kg/mm² と疲労限以上の 42 kg/mm² を負荷した場合の X線半価幅の変化比 (b/B) と繰返し数との関係を Fig. 15 に示す。前述の残留応力変化の場合と同様, その変化比 (b/B) はほとんど変わらず, また, 繰返し応力の大小にも影響されないようである。このことはすでに報告されている炭素鋼焼なまし材, 加工材などの変化比 (b/B) が大きく変わる例に比べ, タフト

Fig. 14. $S-N$ curves of tufftrided and non-tufftrided specimens.

Fig. 15. Relation between diffraction plane dependence of half-value breadth and stress cycles on tufftrided specimens.

ライド処理材の著しい物徴と考えられる。

次に、Fig. 10 と 14 の $S-N$ 曲線で直径の異なるタフトライド処理材の疲労限が異なっている点についてであるが、タフトライド処理鋼のような表面硬化材では直径が小さくなるほど硬化割合が増し、その結果疲労限は上昇すると一般的には考えられるが、本実験の結果ではこのような考え方と矛盾した結果が得られている。この点については以下のように考えた。

いままでも述べたように、タフトライド処理鋼における疲労限に与える影響因子は硬化層の生成と残留応力とがあるが、10 mm ϕ と 12 mm ϕ の試験片では硬化層面積の全断面積に対する割合は 10 mm ϕ のほうが大きく、そのために疲労限が上昇したとしても、残留応力が 12 mm ϕ で約 30 kg/mm² あったものが、10 mm ϕ で約 20 kg/mm² と 10 kg/mm² の減少による疲労限低下のほうが大きくなるため、全体として 10 mm ϕ のほうの疲労限が 12 mm ϕ の場合を下回ったものと推定される。このことはタフトライド処理材では、その寸法形状により残留応力の疲労強度に対する寄与の程度が異なってくると考えられ、残留応力の影響を考慮しなくてはならないことを示している。したがって、タフトライド処理材の疲労における実際上の使用にはこのような点にも充分な注意が必要と考えられるが、この点については、現在タフトライド処理鋼の寸法効果といった見地より、定量的な研究を行なっているので、詳細は後報で報告する予定である。

以上、組織観察、残留応力測定、X線半価幅測定の結果に共通していることは、タフトライド処理鋼の疲労過程における変形が無処理材に比べて著しく少ないということである。このことは塩浴処理により結晶粒が強化されてすべり変形しがたいことを示している。また、疲労破壊による塑性変形もきわめて局所的であることを示し、特に Fig. 9 の破断面のごく近傍とそれより離れた部分とでまったく異なった様相を示している写真からも推察される。

したがって、平滑材における観察では切欠き材のようにあらかじめ破断箇所を予測できないので組織観察にせよ、X線観察にせよ明確な変化は認められないものと考えられる。もし、変化過程を追求するならば切

欠き材によって局所的に生ずる変化の観察を行なう必要があるものとする。

5 結 論

本実験より得られた実験結果よりタフトライド処理の強化機構に関し以下の結論が得られた。

(1) 組織観察よりタフトライド処理すると疲労によるすべり帯の発生、伝ばが著しく妨げられること、(2) 繰返し応力によりタフトライド処理材の表面圧縮残留応力は減少せず、なおかつタフトライド処理後焼もどしをした材料においても同様であること、(3) 繰返し応力によりX線半価幅がほとんど変わらないことの3点より、タフトライド処理の強化機構は結晶粒が強化されて繰返し応力によるすべり変形を妨げる作用と考えられる。また、表面より内部に向かうほどすべり帯は発生しやすくなるが、これは窒素の飽和量に関係してくるものと思われ、今後の検討が必要である。

また、このほかに次のような点が再確認された。

(1) タフトライド処理後の焼もどし処理により窒化物の析出が起り、その析出物のためにクラックが発生しやすくなって時間強度にばらつきを生ずるため、析出は疲労強度に悪影響を及ぼす。

(2) 直径を変えた試験片の残留応力測定よりタフトライド処理により生ずる表面圧縮残留応力の大部分は熱応力によるものであることが再確認された。

なお、本研究遂行にあたり実験に協力された武蔵工業大学学生出川富男、玉井栄次、小谷宗潔、山上善宏の四君に謝意を表する。また、タフトライド処理をご担当いただいた日本パーカライジング大島熱処理工場に感謝する。

(昭和43年7月18日 第7回X線材料強度に関するシンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 寺沢正男, 吉岡靖夫, 浅見克敏, 材料, **16**, 991 (1967).
- 2) 平 修二, 本田和男, 日本機械学会論文集, **26**, 926 (1960).
- 3) 平 修二, 本田和男, 日本金属学会誌, **24**, 331 (1960).
- 4) 平 修二, 本田和男, 松木健次, 日本機械学会論文集, **28**, 1335 (1962).