タフトライド処理鋼の疲労き裂と下部組織*

寺 沢 正 男** 吉 岡 靖 夫** 浅 見 克 敏**

Fatigue Crack Propagation and Substructure of Tufftrided Steel

by

Masao TERASAWA, Yasuo YOSHIOKA and Katsutoshi ASAMI

(Musashi Institute of Technology, Tokyo)

It has been pointed out by many researchers that substructure affects crack propagation in case of fatigue of metallic materials. However, the materials used in the past investigations were mostly homogeneous, and the microscopic behaviour of surface hardened materials such as tufftrided steel is only little known.

In the present study, some investigations were made to obtain the relation between the crack propagation and substructure of tufftrided steel specimens with notch root through the observations of the crack propagation and the change in substructure in the vicinity of notch root and crack during the fatigue process by using the back reflection X-ray microbeam diffraction technique.

The results obtained are summarized as follows ;

(1) The life to fracture or the period preceeding crack initiation of a tufftrided steel specimen increases remarkably as compared with that of a non-tufftrided steel specimen under the same stress amplitude.

(2) The crack initiates at a comparatively early stage in the life to fracture and grows rapidly. However, when the crack tip passes through the position 1~2mm away from the notch root, the crack propagation rate gradually decreases.

(3) The substructure had already formed at the places with high content of soluted nitrogen after tufftriding, and the same substructure can be observed in the vicinity of crack tips irrespective of crack length.

(4) It is evident from the observations by microbeam X-rays and by a scanning electron microscope that the plastically deformed area in the vicinity of crack in the tufftrided steel is very small and the magnitude of deformation of each crystal is also small as compared with that in the non-tufftrided steel.

(Received Aug. 10, 1972)

1 緒 言

疲労き裂の発生およびその進展に下部組織が関係あることは、多くの研究者によって指摘されているところである¹⁾。著者らは前よりタフトライド処理鋼の疲労挙動に関する研究を進めてきているが、この種の表面硬化材料では、硬化処理そのものによって、表面近傍に下部組織が形成され、しかもそれが内部にいくにしたがって徐々に変化するため、き裂伝ばの様相も、一般均質材料と比較して複雑になることが認められた^{2)~11)}。

一方、き裂伝ば則については、種々の説が発表されているが、われわれが取扱っているタフトライド処理鋼のような表面硬化材料にそのままあてはまるものは見当たらない。これは今まで取扱われている対象のほとんどが、いわゆる均質材料でしかも応力繰返し中であ

り顕著な組織変化を起こさない材料であるのでむしろ当然であろうが、実用強度材料として多用せられるこの種表面硬化材料に対してき裂伝ば則を確立することは重要である。そのためには、巨視的き裂観察とともに微視的な組織変化をより正確には握ることが、まず必要と考える。そこで、本報告では、タフトライド処理鋼の疲労き裂先端の下部組織を観察し、き裂伝ばもまた同時に測定しその関連性について検討を行なった。

2 実験材料および試験片

用いた材料の組成を Table I に示す。この材料をまず Fig. 1 の両側 V 型切欠き試験片 (形状係数 $\alpha = 4.0$) に加工後、900℃、40分のひずみとり焼なましを行なった。この試験片を以後、未処理材と呼ぶ。

次のタフトライド処理は、前報と同じく X 線観察面がタフトライド処理されるのを防ぐため、試験片両面

* 原稿受理 昭和47年 8 月10日

** 正 会 員 武蔵工業大学 東京都世田谷区玉堤

Table I. Chemical composition of specimens used.

C	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu
0.12	0.42	0.007	0.007	0.01	0.02	0.02	0.03

Fig. 1 Shape and dimension of specimen and tufftrided area.

にみがき鋼板をあてて塩浴に浸漬した。この方法によって、試験片全体がタフトライド処理されるのが防がれ、切欠き底表面において固溶窒素量が最大となり、下方にいくにしたがって少なくなるように、かつ厚さ方向に均一にタフトライド処理がされるようにした。処理は 570℃の塩浴に90分浸漬した後水冷を行なった。この試験片を以後、処理材と呼ぶ。

3 実験方法

3・1 疲労試験

20kg-m シェンク式板曲げ疲労試験機のチャックを改造して、Fig. 1に示した試験片の上下方向に繰返し曲げ応力を加えた。繰返し速度は 1500 rpm である。

3・2 細束X線観察

微小焦点X線発生装置により発生したX線を $30\mu\phi$ のピンホールで受けて背面反射法で回折写真を撮影した。用いた条件は Table II に示す。X線はFig. 1試験片の紙面垂直方向から入射させた。測定項目は(1)全方位差 β , (2)格子ひずみの変化 S_R/S_{Ro} , (3)副結晶粒径 t および過剰転位密度 $(D_b)_{max}$ である。なお、き裂先端およびその付近の組織を走査型電子顕微鏡によって観察を行なった。

Table II. Conditions of microbeam X-ray radiation.

X-ray	Cr-K α
Diffraction plane	(211)
Tube voltage	40(kV)
Tube current	1(mA)
Slit	$30\mu\phi$
Exposure time	7 hr
Illuminated cross section	About $250\mu\phi$
Divergence	4.84×10^{-4} rad,
Resolving power	0.52μ

4 実験結果

4・1 き裂伝ば曲線

まず、Fig. 2に処理材のき裂伝ば曲線を、Fig. 3に未処理材のそれを示す。同一応力でのき裂発生と伝ば

Fig. 2 Crack propagation curves of tufftrided steel

Fig. 3 Crack propagation curves of non-tufftrided steel (as annealed).

の比較を行なうのが望ましかったが、破断繰返し数が大幅に異なるため、この比較は行なえなかった。そこで同一繰返し数で破断するものについて、両材料の比較を行なうと、負荷応力は著しく処理材の方が大きい。ただしき裂発生時期は処理材の方が早いことが示されている。したがって処理材の方が伝ば過程が長いことになる。また、 10^7 まで破断しないもののき裂長さを調べると、タフトライド材の場合は、約 0.9 mm、未処理材では約 0.2 mm となりこの点も相当に異なっている。またこの結果をき裂伝ば速度とき裂長さの関係にFig. 4およびFig. 5のように整理すると、処理材の

Fig. 4 Relation between crack propagation rate and length of crack of tufftrided steel.

Fig. 5. Relation between crack propagation rate and length of crack of non-tufftrided steel.

高応力の場合は、未処理材の傾向に似ているが、低応力の場合は全く異なっており、き裂長さが2 mm 以上になってもき裂伝ば速度が低下していくことが特長である。また、未処理材ではき裂発生およびその後の急増の第Ⅰ期、伝ば速度一定の第Ⅱ期、および伝ば速度が急増して破断に至る第Ⅲ期のいわゆるき裂伝ばに関する過程が観察されるのに対して、処理材では、第Ⅱ期に相当するところがき裂長さにより伝ば速度が変化していくのが特長である。

4・2 下部組織観察結果

タフトライド処理そのものによって形成される下部組織の観察をまず最初に行なった。Fig. 6はその結果で、切欠き底から垂直下方向の下部組織分布を示したものである。固溶窒素量の最も多い表面近傍では充分発達した下部組織が形成されているのが見られるが、内部へいくにつれ、徐々にそれが少なくなり、約1 mm 付近では、ほぼ母材の組織と一致している。このような組織変化のある部分をき裂が進展するため、き裂伝ばの挙動も一般均質材料とは当然異なることが予想される。

Fig. 6. Distribution of substructure of tufftrided steel with depth from notch root.

次に、き裂先端部へ細束X線をあて求めた下部組織をき裂長さで整理した一例を示す。Fig. 7がそれで、き裂長さにはほとんど関係なく副結晶粒径も過剰転位密度も一定となっている。すなわち切欠き底近辺では、タフトライド処理時に形成された下部組織とほとんど変わりはないが、内部へいくにしたがって、繰返し応力により下部組織が成長し、き裂が通過する際はほぼ一定の組織となるようである。

この場合、たとえば副結晶粒径に注目してみると、

Fig. 7. Relation between substructure in the vicinity of crack tip and length of crack.

Fig. 8. Some examples of diffraction spots.

他に報告されている焼なまし材に比べて、その大きさが比較的大きいのが特長である。そうして、特に固溶窒素がほとんどないと考えられる1 mm 以上離れた部分まで、焼なまし材のき裂のまわりの下部組織と著しく異なるのも特長である。このことはFig. 8に示す回折パターンから明らかである。未処理材は8a)のごときき裂長さ490 μ 部分では、先端の組織はほぼ一樣に細分化されているが、同程度のき裂長さ430 μ の処理材の先端のパターンでは、特定の結晶のみが変形し、しかもあまり細かく分れていないことが認められる。しかも、き裂長さが1.53 mm となってもこの傾向が持続していることが8c)のパターンより明らかにされている。

4・3 き裂まわりの組織観察

走査電子顕微鏡によりき裂まわりの組織を観察した結果をFig. 9に示す。(a)は処理材のき裂長さが1.0 mm (b)は2.5 mm となった際のそれぞれき裂先端付近の組織である。いずれの場合もすべり線は非常に少なく、また塑性域もき裂のすぐ近辺のみに集中しているようである。これに対してFig. 10に示す、未処理材のき裂まわりでは、大きな変形が起こっていることがわかりFig. 8の回折パターンと同じ現象を示していることが考えられる。

Fig. 9. Microstructure in the vicinity of crack of tufftrided steel, $\sigma=21.5 \text{ kg/mm}^2$, (a) $l=1.0 \text{ mm}$ (b) $l=2.5 \text{ mm}$.

Fig. 10. Microstructure in the vicinity of crack of non-tufftrided steel, $\sigma=13 \text{ kg/mm}^2$, $l=0.5 \text{ mm}$. (3000 $\times$)

5 考 察

5・1 き裂伝ば挙動

タフトライド処理鋼の場合、焼なまし材とは相当異なった伝ばの様相が示される。すなわち(1)き裂発生時期が全寿命のきわめて初期である。特に繰返し応力が低い程この傾向が著しい、(2)き裂伝ば速度は初期に早く、それが、き裂長さが大きくなるにしたがい漸減していき、一定速度段階のいわゆる第二期に相当する部分が存在しないこと、(3)停留き裂の長さが非常に長いことなどである。ただし、これは未処理材と同じ破断寿命をもつものと比較してのことであり、もし応力振幅を同じにして比較するのであれば、き裂発生時期も遅くかつ伝ば速度もはるかに小さい。(1)に述べたき裂発生時期が全寿命のうち比較的早い時期にあるのは、前報にて報告したように、切欠き底近辺に形成された、タフトライド処理による下部組織が、き裂発生に必要な下部組織へ再配列されるに要する時間が短かくてすみ、しかも残留応力の影響を受けないためと定性的に一応解釈されるが、(2)の初期組織が母材のそれとほぼ同じと考えられる切欠き底より1 mm 以上はなれた地点に来てなぜき裂伝ば速度が遅くなるかが問題である。

一つは、疲労試験機が振幅制御型であり、試験途中で定モーメントとなるよう振幅補正を行なっているものの、ある回数繰返したのちに補正を行なうので、その間で伝ば速度が少なくなることは避けられない。しかしながら、材料のコンプライアンス変化は、むしろ焼なまし材の方が大きいので、補正量もより大きいのであるから、タフトライド処理材の方が、き裂伝ば速度が遅くなるとの説明には適用し難い。ただ前に報告した小野式回転曲げ疲労試験では⁸⁾、焼なまし材との間に、本報告ほど明確な差は見られていない。この原因としては、試験機が定荷重型であるのと、試験片切欠き部直径が10 mm と本研究の17 mm より大幅に小さいことなどが挙げられるので、本研究に用いた試験片を定モーメント型疲労試験機により繰返し応力を与え、き裂伝ば挙動を観察する必要がある。

次に組織面からの考えられ得る理由について検討する。窒素原子が切欠き底からどの程度の深さまで浸入するかは、はっきりしないが、Fig. 6の下部組織分布や前報に示したかたさ分布からも、1 mm 程度が窒化深さと考えられる。しかし平滑材の場合でも繰返し応力を与えると、内部の1~2 mm 付近のかたさが著しく上昇する¹²⁾。この原因は、まず測定は不可能でも微量の窒素原子が固溶して転位の動きを阻止することが第一に挙げられよう。さらに、1 mm 以遠の部分を焼なまし材と考えれば、応力振幅がきわめて高く硬化の割合も非常に大きいことが考えられる。たとえば、平滑材小野式疲労試験の場合、直径12 ϕ のものの焼な

し材耐久限度が 22 kg/mm^2 , 90分処理材のそれが 37 kg/mm^2 のものについて考えてみる. 耐久限応力 37 kg/mm^2 が加わった場合, 表面より 1 mm および 2 mm 内部の応力はそれぞれ 31 kg/mm^2 , 24 kg/mm^2 であり, 未処理材の耐久限応力よりはるかに高い繰返し応力が加わっている. したがって硬化度も大で, しかも表面とは異なり三次元的に結晶が拘束を受けるため, クラックも入り難く, 初期硬化深さより求めたものの以上に疲労限度が増加するものと解釈される. したがって加工硬化する割合の大きい材料では, 疲労強度は表面硬化の他に繰返しによる内部の加工硬化を考慮すべきであろう.

しかしながら切欠き材の場合は, 内部の応力振幅は平滑材より小さいので同様な現象でき裂伝ば速度が低くなると考えるのは問題があり, むしろ, き裂進展に必要な下部組織が生成されるに要する繰返し応力と残留応力に起因すると考えられる. き裂進展にとって一定の下部組織が必要であるとすると, 切欠き底付近では最初から進展条件をほぼ満たす下部組織が形成されているため伝ば速度が早く, 内部にき裂が進展するにしたいがい必要下部組織に達するに要する時間が多く要するようになるため遅くなるものと考えられる. またこの際残留応力も重要な役割りを果たす. 本試験片の長手方向表面残留応力は場所による差は多少存在するが, ほぼ -30 kg/mm^2 程度の値が測定された. もしこの残留応力がき裂進展阻止に平均応力として作用すれば, 当然伝ば速度は全体的に遅くなる. しかも, Fig. 9 に示したように, き裂先端およびき裂まわりの塑性変形がきわめて小さいことは, 残留応力の解放が小さいことを意味するからこの効果は焼なまし材などに比べて大きいことが考えられる. ただし, き裂先端の応力挙動は今後なんらかの方法で測定する必要がある.

5・2 き裂伝ばと下部組織の関係

き裂伝ばに対して下部組織が何らかの形で関与していることはすでに明らかな事実である. たとえば, Grosskreutz¹³⁾らのき裂は発達した副結晶粒界に沿って進展するという説などはその代表であろう. また応力拡大係数との整理も行なわれ, ΔK が大きくなると副結晶粒径が小さくなることも報告されている. また, 平, 田中らは, き裂伝ば速度と副結晶粒径や過剰転位密度の関係を明らかにしている.¹⁵⁾ ただ, これらの報告は, 取扱われている材料は均質材料であり, 異種材料間についてこのような性質があるか否かは明確でない. 本研究で取扱っているタフトライド処理鋼は, 表面近傍と内部では, その強度特性が異なるものであるから応力と同時に材質変化をも考慮する必要がある. まず, Fig. 8 に示した回折像を見ると, 処理材と未処理材で

は, はん点の形状にも差異があり, 副結晶粒径 t も未処理材の方が処理材より小さいことが認められる. そうするとこれを応力拡大係数で整理すると, 係数の大きいタフトライド材の方が副結晶粒径が大きいことになり, 今までの報告と逆の結果となる. しかし, Fig. 10, 11 のき裂先端の塑性域を観察すると未処理材の方が変形域が広くかつ変形量も大きく, これに対して処理材では, き裂まわり精々結晶程度の変形しか見られず, しかも変形量も小さいことから, 細束X線観察の結果もこの点はよく一致しているものと考えられる. よって取扱う材料によってき裂まわりの下部組織も異なり, 整理をする際は同一材料に限定する必要がある. しかしながら問題は, 観察した下部組織が本当にき裂進展に関係があるか否かということである. 最近の Grosskreutz¹⁶⁾ や Lukáš¹⁷⁾ によるとき裂の数ミクロン以内には非常に細かい副結晶が見られることを報告している. しかし, このような細かい 0.1μ 程度の下部組織はたとえ存在していても現在の細束X線では, 照射面積の上からも分解能の上からも検出はきわめて困難である. ゆえに今まで測定された種々の下部組織に関する情報がそのままき裂伝ばと直接関係があるか否かは再検討する必要がある. 本報告では, き裂長さに関係なくき裂先端の下部組織はほぼ一定となっているが, 一定の下部組織となった際にき裂が進展するのか, あるいは, 切欠き底より離れた部分では, たとえば副結晶粒径が大きくとも進展する状態であるが, き裂が進展してくる以前に繰返し応力によって一定の下部組織にすでに達しているものであるかはさらに検討を要する問題である. ただ, き裂伝ばを論じる際には材質のちがいによる下部組織生成のちがいも同時に考慮する必要があることは本研究よりも明らかな事実と考える.

6 結 論

切欠きをもつタフトライド処理鋼試験片のき裂伝ばと, 先端の下部組織について細束X線回折法と走査電子顕微鏡によって観察しおよそ次の結論を得た.

(1) き裂の発生は全寿命の比較的早い時期に起こり, また初期に伝ば速度が早く, き裂長さが大きくなるにつれて遅くなる傾向がある. この傾向は特に応力振幅が小さい場合に著しい. また停留き裂の長さも焼なまし材に比べて長いのが特長である.

(2) き裂先端では, き裂長さに関係なくほぼ一定の下部組織が観察される. そうして焼なまし材に比べると個々の結晶の変形量はきわめて少ない.

(3) 走査電子顕微鏡で観察したき裂まわりの塑性域はタフトライド処理鋼の場合, きわめて限定されており, (2)で述べた細束X線観察によるものとよい一致を見ている. しかし, 今回の実験では, き裂の最近接部

の観察に関しては充分とはいえず、き裂伝ばと下部組織の関係については、なんらかの方法で、き裂まわり数ミクロン以内の下部組織を観察する必要があるものと考える。

なお、本研究の一部は、松永研究助成金によって行なったので記して謝意を表する。

(昭和47年7月22日 第10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) たとえば、平 修二, 林 建吉, 日本機械学会論文集, **33**, 1 (1967).
- 2) 寺沢正男, 吉岡靖夫, 浅見克敏, 材料, **16**, 991 (1967).
- 3) 寺沢正男, 吉岡靖夫, 浅見克敏, 材料, **17**, 1114 (1968).
- 4) 寺沢正男, 吉岡靖夫, 浅見克敏, 材料, **18**, 1081 (1969).
- 5) Terasawa, M., Y. Yoshioka, and K. Asami, 12 th Proc. Japan Cong. Mat. Res., 91 (1969).
- 6) Terasawa, M., Y. Yoshioka, and K. Asami, 13 th Proc. Japan Cong. Mat. Res., 49 (1970).
- 7) 寺沢正男, 吉岡靖夫, 浅見克敏, 材料, **19**, 1086 (1970).
- 8) Terasawa, M., Y. Yoshioka, and K. Asami, 14 th Proc. Japan Cong. Mat. Res., 36 (1971).
- 9) Terasawa, M., Y. Yoshioka, and K. Asami, Proc. Seminar on X-Ray Study on Strength and Deformation of Metals, 135 (1971).
- 10) Terasawa, M., Y. Yoshioka, and K. Asami, 15 th Proc. Japan Cong. Mat. Res., 80 (1972).
- 11) 寺沢正男, 吉岡靖夫, 浅見克敏, 日本機械学会論文集, **38**, 1142 (1972).
- 12) 寺沢正男, 吉岡靖夫, 浅見克敏, 材料, 投稿中.
- 13) Grosskreutz, J.C., and P. Waldow, Acta Met., **11**, 717 (1963).
- 14) 小倉次夫, 辛島誠一, 日本金属学会誌, **7**, 739 (1970).
- 15) 平 修二, 田辺輝義, 田中啓介, 材料, **19**, 1114 (1970).
- 16) Grosskreutz, J.C., and G. G. Shaw, Acta Met., **20**, 523 (1972).
- 17) Lukáš, P., M. Klesnil, and R. Fiedler, Phil. Mag., **18**, 799 (1969).