タフトライド処理材の疲労強度*

(SUS 304B 材の場合)

岡崎 章三** 中村 宏** 苧野 兵衛**

Fatigue Strength of Tufftrided Steel

(Experiment on Specimens of SUS 304B Stainless Steel)

by

Shozo OKAZAKI, Hiroshi NAKAMURA and Hyoe ONO
(Technical Research Laboratory, Kawasaki Heavy Industries, Ltd., Akashi)

The rotating bending fatigue tests were carried out on the tufftrided smoothed specimen ($\rho=100^R$), U-notched specimen ($\rho=5^R$), and nitrogen contained smoothed specimen made of SUS 304B stainless steel.

The results obtained are summarized as follows;

(1) The ratio of the fatigue strength of the tufftrided smoothed specimen to that of the non-tufftrided specimen was at most 1.1 even if it was tufftrided for 240 min.

(2) The fatigue strength of the U-notched tufftrided specimen was higher than that of the tufftrided smoothed specimen.

(3) The fatigue strength of the nitrogen contained smoothed specimen was higher than that of the tufftrided smoothed specimen.

(4) The fatigue limit of the U-notched specimen ($\rho=5^R$) can be estimated approximately using the hardness distribution obtained from the specimen after the fatigue test.

(Received June 4, 1976)

1 緒 言

筆者らは、種々の機械部品の強度向上のためにタフトライド処理法による表面硬化処理を適用し、部材の強度向上および疲労寿命の増大に努めてきた。材料も炭素鋼、低合金鋼、鋳鋼、鋳鉄、鍛鋼、ばね鋼等に及び、ここで報告するステンレス鋼についても使用用途が期待されてきている。

本報は耐食性材料として広範囲に使用されている、18-8オーステナイトステンレス鋼を用い、平滑試験片および応力集中率1.24をもつ切欠き試験片について、タフトライド処理時間を種々にかえたときの疲労強度および試験片表面の温度変化、組織変化について検討した。また素材にあらかじめ窒素を強制的に固溶させた平滑試験片についてもあわせて検討したので報告する。

2 実験方法

2・1 供試材および試験片

* 原稿受理 昭和51年6月4日

** 正 会 員 川崎重工業(株)技術研究所 明石市川崎町

実験に使用した材料は市販の SUS 304B 材で、素材の化学成分および機械的性質を Table I に示す。また同時にあらかじめ窒素ガスを製鋼中に強制的に吹き込んで固溶（分析値 0.2245 wt %）させた試験片（以下窒素入り試験片と呼ぶ）を用いて比較した。Table II は窒素入り試験片の化学成分および機械的性質を示す。この結果とくに 0.2 % 耐力の向上が著しい。

試験片形状は Fig. 1 (a), (b) に示す 2 種類の試験片とした。(a)は試験部 R が $\rho=100^R$ (応力集中率 $\alpha_K=$

Table I. Chemical composition (wt %) and mechanical properties of specimen.

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.06	0.72	1.01	0.021	0.014	8.61	18.45
0.2% yielding point (kg/mm ²)	Tensile strength (kg/mm ²)		Elongation (%)		Reduction of area (%)	
22	66		65		68

Fig. 2. Micro structure of SUS 304B tufftrided steel.

Table II. Chemical composition and mechanical properties of nitrogen contained specimen.

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.06	0.55	1.51	0.024	0.011	9.00	18.38
0.2% yielding point (kg/mm ²)	Tensile strength (kg/mm ²)		Elongation (%)		Reduction of area (%)	
37	72		55		72

Fig. 1. Dimension of specimens.

1.02, 以下これを平滑試験片と呼ぶ), (b)は $\rho=5^{\circ}$ (応力集中率 $\alpha_K=1.24$, 以下これを切欠き試験片と呼ぶ)の試験片である。試験部を機械研磨し, 所定の寸法に仕上げたのちにタフトライド処理を施した。タフトライド処理後つかみ部は再研磨し, 試験に供した。

2・2 タフトライド処理条件

タフトライド処理は570℃±5℃の塩浴に, 5分, 30分, 120分, 240分保持し, 取りだして油冷した。窒素入り試験片については処理時間5分, 120分のみとした。

2・3 試験機および試験方法

使用した試験機は10 kg・m 小野式回転曲げ疲労試験機 (3 600 cpm) である。疲労試験中試験片表面の温度を測定するため, 赤外線放射温度計を用い, 試験開始から破断にいたるまで非接触で連続して測定を行った。なお, 同温度計による試験片表面の測定面積は3 mmφである。

またタフトライド処理によってできる表面の化合物

層の組成をCoの管球を用いたX線回折により同定した。また組織や破面の観察は, 金属顕微鏡, 走査型電子顕微鏡により行った。

3 実験結果および考察

3・1 処理後の組織観察および硬度分布

Fig. 2は処理時間5分, および240分の場合の断面組織観察結果である。処理後10%硝酸アルコール液中で電解腐食させたもので, 試験片表面に二つの層が観察された。すなわち, 表面側の層はエッチングによって黒色となる層 (以下, 黒色層と呼ぶ), その内側の層はエッチングされない白色の層 (以下, 白色層と呼ぶ) が形成される。^{*1} Fig. 3はこれらの層の組成の結果を示したもので, CrN, Cr₂Nに富んでおり, 他に図に示すような窒化物, α -Feの回折線が処理時間に応じて得られた。Fig. 3に示したように, Cr窒化物の形成によって窒化物が形成された領域においては, Cr濃度が減少し, それによって耐食性が低下する。エッチングにより黒色層として現れるのはこのためである。この黒色層を化合物層と呼ぶ。この化合物層には耐食性の異なる種々の相が混在しているため, Fig. 2(b)にみられるように黒色層中に腐食されにくい部分が白く島状に残っている。化合物層直下にある白色層は, 硬化は認められる (Fig. 5 参照) ので, 窒素が拡散していることが考えられる。しかし耐食性は母相とあまり変わらないことから, Cr窒化物等の形成の程度は化合物層に比べて少ないものと推定される。よってこの層を拡散層と呼ぶ。また, これら化合物層, および拡散層 (以下, 両者を合せて窒化層と呼ぶ) 直下から試料内

	Tufftriding time (min)				
Nitride	0	5	30	120	240
γ -Fe					
α -Fe					
E-Fe ₂₋₃ N					
γ -Fe ₄ N					
CrN					
Cr ₂ N					

Fig. 3. Composition of nitrided layer.

*1 写真の中で黒色層の外側に白い層がみられるものは, 黒色層と埋込樹脂との境界を明らかにする目的で行ったNiめっき層である。

Fig. 4. Relation between tufftriding time and thickness of white and black layer, or increasing ratio of fatigue limit.

部にかけては通常のオーステナイト組織を示している。^{*2} Fig. 4 は処理時間による窒化層の厚みの変化を調べたもので、240 分処理により化合物層は約55 μ 、拡散層は約15 μ となり、窒化層全体としては約70 μ もの厚みとなった。なお、SUS 304B 材をタフトライド処理してできる化合物層の厚みは、炭素鋼、低合金鋼にみられる化合物層の厚み10~20 μ に比べて相当厚いものである。

Fig. 5 は240 分処理のものの試料断面硬度分布を示す。図中実線が処理のままのもの、他は処理後疲労試験したあとの硬度を示す。処理のままのものをみると、黒色層の硬度はマイクロピカースで約1000、白色層は約450程度の非常に高い硬度を有している。窒化層直下の硬度は、素材のかたさより若干高い程度で、試

Fig. 5. Hardness distribution of SUS 304B (tufftridged for 240 min).

^{*2} 白色層直下の黒い部分は、白色層と母材との硬度の違いにより、研磨時に凹凸が生じたため、その境界部に影がてき黒くなったものである。

料内部への硬度分布は図に示すごとく表面のみが極端に硬く、窒化層直下はほとんど素材の硬度に近い、硬度の差の著しい分布となることが判明した。

図中の記号は平滑試験片の応力繰返し後に得られたかたさで、窒化層の硬度には変化がないが、窒化層直下の硬度が若干上昇した。また、これは切欠き試験片の場合もほとんど同じ傾向を示した。

また図のような硬度分布（処理のままのもの）となった原因として、SUS 304B 材にタフトライド処理をすると、処理により拡散したNはほとんど表面で鋼中のCrと化合物層を形成するのに消費され、低炭素鋼にみられるような試料内部への拡散は非常に小さいようである。これは素材に含まれるCr量が多いためであろうと推察される。

窒素入り試験片の場合にも、顕微鏡組織にはほとんど変化は認められず、窒化層の硬度もほぼ等しいが、心部の硬度は $H_v \approx 250$ と窒素添加により、添加しない試験片に比べ若干高くなっていることが観察された。

3・2 疲労試験結果

Fig. 6 は平滑試験片にタフトライド処理したものの疲労試験結果を示すS-N線図である。素材の疲労限は約23 kg/mm²に対し、処理したものの強度上昇は小さく、240分処理したものでも疲労限は26 kg/mm²と約1.12倍程度の上昇で、炭素鋼、低合金鋼の処理による強度上昇¹⁾に比べて非常に小さいことがわかった。またS-N線図の時間強度も処理時間にかかわらず、ほとんど素材のものとかわりがない結果となった。Fig. 7 は切欠き試験片にタフトライド処理したものの

Fig. 6. S-N diagram of smoothed specimen ($\rho=100R$).

Fig. 7. S-N diagram of U-notched specimen ($\rho=5R$).

同様の結果を示す。この場合は素材でも疲労限は 30 kg/mm^2 と平滑試験片の疲労限よりも高くなる結果がえられた。切欠き試験片のタフトライド処理時間による疲労強度の変化も、素材と同様に平滑試験片のものより高く、240分処理をみると平滑試験片の疲労限に比べて切欠き試験片のそれは約 11 kg/mm^2 も高い。また処理時間による疲労強度の上昇割合も平滑試験片に比べて高く、240分処理で疲労限は約1.23倍の上昇を示した。この関係をみたのが Fig. 4 である。

切欠き底半径が 5^R と非常に鈍い切欠きをもつ試験片の疲労強度が、平滑試験片の疲労強度よりも高くなることは、この SUS 304B 材に限らず、タフトライド処理した炭素鋼、低合金鋼にもいままではしばしばみられてきた。この一つの原因として、疲労試験中の試験片温度上昇が、試験片形状の差異によって異なることが大きいと考えられる。炭素鋼による測定結果では、平滑の方が切欠きに比べて同応力負荷による疲労試験中の温度上昇は非常に高いことが観察された。

本報で用いた試験片についてもこのことを確認するために、各応力負荷による疲労試験中の試験片表面温度を測定した。Fig. 8 は素材の各応力負荷による温度上昇を示す。この結果、疲労限の1.1倍程度の応力負荷でも温度上昇は著しく、破断時の温度は 500°C 前後まで上昇する。この素材の0.2%耐力が 22 kg/mm^2 であることから考えて、図中の応力負荷では試験片表面はかなり大きな変形をうけており、しかも SUS304B 材の熱伝導率は非常に小さく、試験部 R も大きいためこのような温度上昇を示したと考えられる。なお素材の疲労限が0.2%耐力よりも高くなることは、これまで他の研究者による実験でも明らかにされており、これは材料の加工硬化やひずみ時効による材料の強化であろうと考えられている。Fig. 9 は平滑試験片にタフトライド120分処理したものについての温度上昇を示す。Fig. 8 と比較してわかるとおり、 $\sigma_a = 30 \text{ kg/mm}^2$ 、 $\sigma_a = 28 \text{ kg/mm}^2$ の場合をみると、温度上昇曲線は素材のものとはほぼ一致し、この応力負荷ではタフトライ

Fig. 8. Surface temperature rise with number of cycles of non-tufftrided specimen ($\rho=100R$).

Fig. 9. Surface temperature rise with number of cycles of tufftrided specimen ($\rho=100R$, tufftrided for 120 min).

ド処理による試験片表面の塑性変形に対する拘束は小さいようである。しかしながら $\sigma_a = 26 \text{ kg/mm}^2$ の場合を比較すると温度の急激な立ち上がりまでの寿命は明らかに長く、これは表面窒化層の非常に硬い層が試験片表面での塑性変形をある程度拘束する働きを示すためであろうと考えられる。

Fig. 10 は切欠き試験片の素材の温度上昇曲線を示す。Fig. 8 と比較して明らかなごとく、切欠き試験片での負荷応力は平滑試験片のそれよりも高いにもかかわらず、表面の温度上昇は小さく、破断時でも 80°C 前後しか上昇しない。切欠き試験片の場合は疲労変形によって生じる塑性域が切欠き底のある限られた部分にしか存在せず、発熱が生じて直ちに周囲に発散して消滅してしまうものと考えられる。このため切欠き試験片の表面温度上昇が比較的小さくなったと推察される。

Fig. 10. Surface temperature rise with number of cycles of non-tufftrided specimen ($\rho=5R$).

Fig. 11 はタフトライド処理を120分した試験片に対する同様の結果を示す。平滑試験片のそれと比べて素材のときと同様、切欠き試験片の方が温度上昇は小さい。

平滑試験片と切欠き試験片の強度差は、これら温度上昇曲線からみてわかるように試験片の形状の違いによる塑性変形する領域の大小が大きな影響を及ぼしているものと考えられる。

Fig. 12 は窒素入り試験片に対する疲労試験結果を示す。窒素入り試験片の素材の疲労限は約 29.5 kg/mm^2

Fig. 11. Surface temperature rise with number of cycles of tufftrided specimen ($\rho=5R$, tufftrided for 240 min).

Fig. 12. S-N diagram of nitrogen contained SUS 304B specimen ($\rho=100R$).

mm² と窒素を入れないものに比べて約 6.5 kg/mm² の疲労限上昇を示す。これは前述した窒素入りによる心部かたさの上昇、および 0.2 % 耐力の著しい上昇によるものと考えられる。しかしながらこの材料にタフトライド処理を施してもその強度上昇は小さいことがわかった。

3・3 破断部顕微鏡観察結果

疲労試験後、破断部付近の断面組織を観察した結果、疲労限以上の応力で破壊したものは、破断部以外にも多くのき裂が平滑材では観察された。その一例をFig. 13に示す。同図(a)は無処理材における例であり、(b)、(c)はタフトライド処理 240 分の場合の例である。(b)は $\sigma_a = 35 \text{ kg/mm}^2$, $N_f = 3.2 \times 10^3$, (c)は $\sigma_a = 28 \text{ kg/mm}^2$, $N_f = 1.25 \times 10^4$ で破断したものである。なお、Fig. 13 は平滑材についての例であるが、切欠き材についてはこうしたサブクラックの数が非常に少いことが観察された。Fig. 13 の結果からわかるようにタフトライド処理したものは化合物層に垂直にき裂が進展している。

Fig. 13. Micro cracks initiated in the fatigue test specimens.

またそのき裂の発生点は、(c)の場合についてみると、白色層ないしは白色層と母材の境界付近であろうと考えられる。それは Fig. 13 (c)にみられるように白色層に鋭い 45° 方向のき裂の進展が観察されているためである。これは Forsyth らが指摘している第一段階のき裂に相当するものと考えられ、おそらくき裂の発生点であろうと推察される。これを確かめるため破断部を走査型電子顕微鏡によって観察した。その結果が Fig. 14 である。この結果、白色層直下、すなわち白色層と母材の境界、ないしは白色層直下の母材に割れが観察された。しかもその付近は非常に大きな塑性変形をうけているようである。それから内部へは Fig. 15 に示すように通常の疲労にみられるストライエーションが観察された。以上のことから類推し、SUS 304B 材にタフトライド処理したものは、タフトライド処理による窒素の拡散の効果が、素材に含まれる Cr 量が多いため

Fig. 14. Fatigue fracture surface of SUS 304B tufftrided for 240 min ($\rho=100R$).

tufft. 240 min, $\sigma_a = 28 \text{ kg/mm}^2$, $N_f = 1.25 \times 10^4$

Fig. 15. Fatigue fracture surface of SUS 304B tufftrided for 240 min ($\rho = 100^R$).

試験片表面で化合物層を生成するのにほとんど消費され、内部への拡散は炭素鋼や低合金鋼に比べると非常に少い。このため窒化層直下はほとんど母材の強度と等しい強度しか有しないと考えられる。タフトライド処理した平滑試験片は疲労限の1.2～1.3倍程度の応力負荷でも窒化層直下は非常に大きな塑性変形をうけ、しかも温度上昇が大きいことから、試験片内部の発熱により、その部分の変形は著しく促進されるものと考えられる。そして母材と窒化層の境界付近にき裂が発生し、化合物層に一端き裂が入ると上述のように化合物層そのものは非常に¹²⁾もろいために、短時間でき裂は伝ばする。そのため平滑試験片の場合は Fig. 6 に示すごとく、疲労限以上の応力では素材との寿命に大きな差がでない結果となったものと推察される。

切欠き試験片の場合も同様のことが考えられるが、試験部での変形が非常に局部的であり、周囲の拘束が大きいため、塑性変形量が平滑試験片に比べて小さいことが、平滑試験片の強度よりも切欠き試験片の強度が高くなった原因と考えられる。しかし破壊そのものの機構は平滑試験片の場合とほぼ同様であろうと予想される。

以上、顕微鏡観察結果からタフトライド処理した SUS 304B 材の破壊の機構を類推したが、この考えは現在あくまで推定の域を脱しない。炭素鋼、低合金鋼をタフトライド処理した試験片の破面には、明りょうなフィッシュアイが観察され、内部から破壊した点が明確となっているが、²³³⁵⁾SUS 304B 材にタフトライド処理したものは、フィッシュアイが観察されずこの点が明らかでない。その意味では上述の破壊機構ではなく、まず化合物層に割れが生じ、その後 45° の第一段階き裂が発生し、内部に向って伝ばする機構も充分考えられるので、今後の実験でこの点を明らかにしたいと考えている。

3・4 切欠き試験片の疲労限に対する検討

Fig. 16 はタフトライド処理240分のものについて、切欠き試験片の疲労限を推定した結果である。図中

Fig. 16. Fatigue strength estimation of tufftrided specimen.

—●—は Fig. 5 の実線に相当する硬度分布を、硬度と疲労限の関係 $\sigma_w = 0.155 H_v$ を用いて、試験片内部への疲労限分布になおした結果である。また---△---は Fig. 5 の硬度分布にみられるごとく、応力負荷後の硬度がとくに試験片内部にて若干上昇することが認められることから、 $\sigma_a = 37 \text{ kg/mm}^2$ で $N_f = 1.0 \times 10^7$ で破断しなかった試験片の疲労試験後の硬度分布（省略）を用いて同様に得た内部への疲労限分布である。図中 $\rho = 5^R$ の実線は疲労限 $\sigma_w = 37 \text{ kg/mm}^2$ に対する応力集中率を加味した外力の分布を示すもので、この結果、疲労試験後の硬度分布を用いれば、ほぼ切欠き試験片の疲労限を推定することが可能となる結果がえられた。この図からき裂発生¹²⁾の起点は表面層直下と予想され、 $\sigma_a = 38 \text{ kg/mm}^2$, $N_f = 1.18 \times 10^5$ で破断したものについてこの点を確認するために、同試験片の破断部付近を走査型電子顕微鏡で観察した結果が Fig. 17 である。この結果、黒色層と白色層のはっきりした区別はつかないが、窒化層直下に疲労破面とは全く異った破面が観察され、おそらくこれがき裂発生点であろうと考えられる領域が観察された。それから内部にかけては明りょうなストライエーションがみられる。すなわち窒化層直下に疲労き裂が発生し、そこを起点として疲労が進んだことが推察される。

4 結 言

SUS 304B 材平滑試験片 ($\rho = 100^R$, $\alpha_K = 1.02$), 切欠き試験片 ($\rho = 5^R$, $\alpha_K = 1.24$), および窒素をあらかじめ強制的に固溶させた平滑試験片にタフトライド処理時間を種々にかえて処理した試験片について回転曲げ疲労試験を行った結果、以下の結論がえられた。

(1) タフトライド処理した平滑試験片では、処理による強度上昇は小さく、240 分処理でも疲労限は1.1倍程度である。

(2) 切欠き試験片の疲労強度は、素材、タフトライ

SUS 304B ($\rho=5R$) tufftr, 240min.

$\sigma=38\text{Kg/mm}^2$ $N_f=1.18 \times 10^5$

Fig. 17. Fatigue fracture surface of SUS 304B tufftrided for 240 min ($\rho=5R$).

ド処理材とも平滑試験片のそれよりは高く、処理による効果も平滑試験片に比べて大きい。

(3) 窒素をあらかじめ強制的に固溶させた平滑試験片は、素材にタフトライド処理したものより強度が高い。

(4) 疲労試験中の試験片表面温度上昇は、平滑試験片の方が切欠き試験片より著しく大きい。

(5) タフトライド処理した $\rho=5R$ の切欠き試験片の疲労限は、疲労試験後のかたさ分布よりおおよそ推定できる。

終りに本研究にあたりタフトライド処理を快く引受けていただきました日本パーカライジング工業(株)伊丹熱処理工場の関係者各位様に心から感謝いたします。

(昭和49年5月21日 日本材料学会第23期総会学術講演会にて講演)

参 考 文 献

1) たとえば, 中村 宏, 堀川 武, 岡崎章三, 材料, 21,

1046 (1972).

- 2) 喜多 清, 松田昭三, 荻野兵衛, 中村 宏, 堀川 武, 岡崎章三, 日本金属学会誌, 37, 26 (1973).
- 3) 中村 宏, 岡崎章三, 堀川 武, 松田昭三, 荻野兵衛, 柴尾勝耀, 日本機械学会論文集, 41, 351 (1975).
- 4) 中村 宏, 岡崎章三, 堀川 武, 柴尾勝耀, 日本機械学会論文集, 39, 3519 (1973).
- 5) 中村 宏, 岡崎章三, 堀川 武, 松田昭三, 荻野兵衛, 川崎技報, No. 47, 1 (1972).
- 6) 岡崎章三, 中村 宏, 堀川 武, 材料, 23, 693 (1974).
- 7) 喜多 清, 荻野兵衛, 中村 宏, 岡崎章三, 日本金属学会誌, 9, 853 (1974).
- 8) 田中政夫, 幡中憲治, 材料, 17, 1009 (1968).
- 9) 金澤健二, 吉田 進, 材料, 22, 257 (1973).
- 10) 幡中憲治, 川辺透昭, 田中政夫, 材料, 19, 96 (1970).
- 11) 正木順一, 北本俊雄, 桜井忠一, 材料, 17, 628 (1968).
- 12) 荻野兵衛, 岡崎章三, 川崎技報, No. 52, 89 (1974).
- 13) Forsyth, P. J. E., Acta Met., 11, 703 (1963).