マルエージング鋼の疲労強度に及ぼす窒化条件の影響†

皮籠石 紀 雄* 森 野 数 博** 深 田 一 徳***
近 藤 英 二**** 燕 怒*****

Influence of Nitriding Condition on Fatigue Strength of Maraging Steel

by

Norio KAWAGOISHI*, Kazuhiro MORINO**, Kazunori FUKADA***,
Eiji KONDO**** and Yan NU*****

Rotating bending fatigue tests were carried out for maraging steels nitrided under three conditions in order to investigate the influence of nitriding on fatigue strength. The fatigue strength was increased due to nitriding. The increase in fatigue strength and the fracture mechanism were markedly influenced by nitriding condition. That is, fracturing of the steel nitrided at under-aging condition, 480°C-1h and 5h, occurred from the surface of the specimen in the short life region, and from the interior in the long life region, although all of the specimen aged at under and over-aging conditions and nitrided at over-aging condition, 570°C-1h, fractured from the surface. Consequently, S-N curves in the former steel showed a two-step shape. The fatigue strength decreased with the increase in nitriding time in the short life region where the surface fracture occurred, though there is no or little influence of nitriding time on the fatigue strength in the long life region where the internal fracture occurred. The decrease in the fatigue strength was related to the surface brittleness caused by longer nitriding.

Key words: Fatigue, Nitriding, Maraging steel, Fracture mechanism, Fish-eye, Hardness, Brittleness

1 緒 言

マルエージング鋼は、実用鋼の中で最も高強度でしかもじん性の高い材料である。^{1), 2)}しかし高い静強度に比べ疲労強度は低いという高強度鋼特有の問題がある。³⁾そのため疲労特性改善を目的に多くの研究が行われている。^{4)~7)}著者らも、組織的な観点から時効条件を変えることにより、適度の逆変態オーステナイトを生成させると疲労強度は改善されることを明らかにした。^{8), 9)}また表面改質も有効な方法であり、ショットピーニング^{10)~12)}と窒化¹³⁾の影響について検討し、大幅な疲労強度向上が得られることを報告した。しかしこれらの疲労強度改善は、効果だけでなくメカニズムも異なる。たとえば、逆変態オーステナイトの影響は低応力下で顕著であること^{8), 9)}また窒化の効果も応力レベルにより異なり、高応力下では硬化とは逆に脆さが疲労強度低下の要因になる。¹³⁾したがって実際にこのような疲労強度改善策を講じる場合、それぞれの方法における最適条件を明らかにしておく必要がある。そのためには窒化の功罪を明確にしておく必要がある。このような観点でこれまでに窒化したマルエージング鋼の疲労特性が検討されているが^{4), 7)}対象とした寿命域が10⁷回以下のものや破壊機構については明らかでないなど必ずしも十分ではない。

そこで本研究では、著者らのこれまでの研究結果をふ

まえ、窒化条件を変えることにより、窒化層の組織と深さを変化させ、疲労強度への影響を検討し、疲労強度改善に窒化を適用する場合の問題点を明らかにすることを目的とした。

2 材料、試験片および実験方法

用いた材料は、市販の300級マルエージング鋼で、溶体化処理した状態で納入されたものである。その化学成分をTable Iに示す。材料をFig. 1に示す形状に機械加工した後、窒化材は窒化処理前に、時効材は時効処理後に表面を約20μm電解研磨した。時効条件は、予備実験を行い、不完全時効状態の480°C、2時間および6時間と、それと同程度の硬さで逆変態オーステナイトが生成される過時効条件である570°C、2時間を選んだ。⁸⁾480°Cを選んだのは、通常用いられる時効温度であるとともに窒化温度にも近いためであり、2、6時間は疲労強度が最も高くなる範囲であることを考慮した。また窒化も時効が同時に進行するので、内部硬さが同程度になるように、時効条件に対応させた加熱の温度および時間を選び、

Table I. Chemical composition. (mass %)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Mo	Co	Al	Ti
0.005	0.03	0.04	0.002	0.002	18.69	4.89	8.92	0.1	0.91

† 原稿受理 平成15年2月10日 Received Feb. 10, 2003

* 正 会 員 鹿児島大学工学部機械工学科 〒890-0065 鹿児島市郡元, Dept. of Mech. Eng., Kagoshima Univ., Korimoto, Kagoshima, 890-0065

** 正 会 員 徳山工業高等専門学校 〒745-0801 周南市久米高城, Tokuyana College of Tech., Kume, Shunan, 745-0801

*** 鋼板工業㈱ 〒744-0011 下松市西豊井, Kohan Kogyo Ltd., Nishitoyoi, Kudamatsu, 744-0011

**** 鹿児島大学工学部機械工学科 〒890-0065 鹿児島市郡元, Dept. of Mech. Eng., Kagoshima Univ., Kurimoto, Kagoshima, 890-0065

***** 鹿児島大学大学院 〒890-0065 鹿児島市郡元, Graduate Student, Kagoshima Univ., Kurimoto, Kagoshima, 890-0065

Fig. 1. Shape and dimensions of specimen.

Fig. 2 に示す 3 種類の条件で行った。なおここで用いた窒化法は、表面に生成する化合物層の制御が可能なラジカル窒化法である。¹⁴⁾以下では各材を、処理条件の温度、時間および処理法で記号化し、480℃、570℃時効材を 48A-2、48A-6 および 57A-2 材、480℃、570℃窒化材を 48N-1、48N-5 および 57N-1 材と記す。Fig. 3 に各窒化材の組織写真を示す。いずれの材料でも窒化層が確認できるが、それは窒化時間が長い方がまた温度が高い方が深い。硬さおよび残留応力の測定は、それぞれ微小硬度計および X 線応力測定装置を用いて行った。疲労試験は、小野式回転曲げ疲労試験機（容量：15N・m、回転数：約 50Hz）を用いて、室温大気中で行った。

3 実験結果および考察

Fig. 4 に各窒化材の硬さ分布を示す。いずれも表面は硬化しその深さは約 50 μ m から約 100 μ m 程度で、48N-5 材が最も深い。そして、内部硬さはすべての材料ともに、ビッカース硬さで 620 ～ 650 とほぼ等しい。57N-1 材の場合、表面はかなり硬化しているが表面直下での硬さ減少は他の材料より大きいことから、表面の高硬度には化

	Temp. T (°C)	Time. t (h)
48N-1	480	1
48N-5	480	5
57N-1	570	1

Fig. 2. Nitriding condition.

Fig. 3. Microstructures of nitrided steels.

Fig. 4. Hardness distributions of nitrided specimens.

合物層の影響が考えられる。またすべての窒化材の表面では圧縮の残留応力が認められ、その大きさは 500 MPa 前後であった。

Fig. 5 に各材の S-N 曲線を示す。図中／印は内部破壊であったことを示している。後述するように、48N-1 材と 48N-5 材の場合、高応力下では表面破壊が、低応力下では内部破壊が起こる。このことに関係して 48N-1 材と 48N-1 材の S-N 曲線の形状は二段折れ曲がりとなっている。また窒化により疲労強度は上昇するが、その程度は応力レベルおよび窒化条件により異なる。そして窒化時間が長くなると表面破壊が起こる高応力下では短寿命になるが、内部破壊が起こる低応力下ではほぼ等しい疲労寿命となっている。一方 57N-1 材の場合、 10^7 回を超え

Fig. 5. S-N curves.

でも時効材である48A-2, 48A-6および57A-2材の場合と同様にすべて表面破壊し, S-N曲線の形も応力低下とともに疲労寿命が増大する普通の形状である(さらに長寿命域になった場合の破壊機構については検討を要する)。また57N-1材の疲労強度は, 硬さ分布, 残留応力の差異から推定される以上に48N-1, 48N-5のそれらより大幅に低く, 時効材の結果よりわずかに高い程度である。なお57A-2材および48A-6材と57A-2材の疲労強度の差についてはこれまでに明らかにしたように,^{8), 9)} 過時効条件下では逆変態オーステナイトが生成するため, それに起因して, 低応力下で57A-2材の方の疲労強度がわずかに高い。

Figs. 6 ~ 8 に各材の疲労破面を示す。Fig. 6 は時効材の例として48A-2材の結果を示しているが, 時効材の場合すべての応力で表面破壊した。また窒化材の場合も57N-1材の場合のすべてと48N-1, 48N-5材の高応力域では, 破壊はすべて表面から生じた (Fig. 7)。一方 Fig. 8

(48A-2, $\sigma_a = 650$ MPa $N_f = 7.13 \times 10^5$ cycles)

Fig. 6. Fracture surface of aged steel.

に示すように, 48N-1, 48N-5材の低応力域では介在物を起点とする内部破壊が生じた。Fig. 8 は, それぞれの材料でフィッシュアイの巨視的写真 (a-1), (b-1) と微視的写真として試験片表面方向のフィッシュアイ境界 (a-2), (b-2), フィッシュアイ中央部 (a-3), (b-3), そして試験片内部方向のフィッシュアイ境界 (a-4), (b-4) を示している。拡大写真でわかるように, フィッシュアイの縁には凹凸の激しい旧オーステナイト粒界割れがそしてその周囲ではマルエージング鋼でよくみられるマルテンサイトのラス割れ^{15), 16)}が観察される。このことから, フィッシュアイ境界に達した後のき裂伝播は急速に進み, 最終破断に至ったものと考えられる。窒化材における旧オーステナイトの粒界割れは, フィッシュアイ境界だけでなく試験片表面層でも観察されるが, その割合は窒化時間が長い方がまた温度が高い方が高い。なお, いずれの材料とも内部き裂は窒化による硬化層で伝播を阻止され,

Fig. 7. Fracture surfaces of nitrided steels.

Fig. 8. Fish-eye fracture of nitrided steels.

フィッシュアイ境界は試験片表面より内部にあるが、48N-5 材の場合 48N-1 材に比べ、試験片表面方向での境界は不明瞭で、このことも窒化によるぜい化がき裂伝ぱを加速させたことを示している。

ところで、高強度鋼の長寿命域で内部破壊した場合のフィッシュアイ起点部には粒状破面が観察され、その領域は寿命が長くなるほど大きくなることが報告されている。^{17)~22)} Fig. 9 は 48N-1 材を例にフィッシュアイ起点部を示したものである。本材料の場合も起点部周辺には粒状破面が観察され、その領域は長寿命の方が大きい。

Fig. 10 は、48N-1 材と 48N-5 材における内部破壊の起点深さ d_{inc} と疲労寿命 N_f の関係を示している。いずれの材料でも、破壊の起点は硬化層境界付近に分布した介在物である。

Fig. 11 は、48N-1 材と 48N-5 材におけるフィッシュアイ寸法 $2b$ と疲労寿命 N_f の関係を示している。疲労寿命が長いほどフィッシュアイは大きく、この関係には窒化時間の影響はみられない。

Table II に、各材の機械的性質を示す。

Fig. 12 に、各材の引張破断後における表面写真を示す。窒化により延性は低下し、それは窒化時間が長いほどまた温度が高いほど大きい。特に 57N-1 材の場合、引張強さも低下するが延性の低下は大幅である。このこと

Fig. 9. Center of fish-eye of nitrided steels (48N-1).

Fig. 10. Relationship between d_{inc} and N_f .

Fig. 11. Relationship between $2b$ and N_f .

Table II. Mechanical properties.

	$\sigma_{0.2}$ MPa	σ_B MPa	σ_T MPa	Ψ %
48A-2	1941	1970	2685	55.6
48A-6	2020	2090	2740	54.3
57A-2	2061	2074	2884	53.4
48N-1	2100	2117	2588	47.1
48N-5	2150	2155	2370	31.5
57N-1	1944	2000	2144	12.9

に対応して、窒化材の表面にはぜい性割れが生じるが、57N-1 材の場合試験片のくびれは非常に小さくぜい化は大きい。このことはまた、疲労において確認された窒化層のぜい化 (Fig. 7, 8) とも対応している。

Fig. 13 は、窒化によるき裂伝播特性への影響をみるため、57N-1 材の表面き裂の伝播曲線を 48A-6 材のそれと比較したものであり、Fig. 14 は両材のき裂形態を示すレプリカ写真である。Fig. 13 における白抜き印はその繰返しではき裂が確認されなかったことを示している。マルエージング鋼は他の高強度材と同様に、き裂が一旦発生すればその後は急速に伝播する^{3), 23)} 48A-6 材の場合も同様であるが、57N-1 材の場合き裂発生は抑制されているもののき裂伝播はさらに速く全寿命のほぼ 100% がき裂発生寿命である。このことはき裂形態が前者では延性的であるのに対し、後者ではぜい性的であることからわかる。

Fig. 13. Crack growth curves.

(a) 48A-6 ($\sigma_a=800\text{MPa}$ $N_f=3.04 \times 10^6$ cycles) (b) 57N-1 ($\sigma_a=750\text{MPa}$ $N_f=3.04 \times 10^6$ cycles)

Fig. 14. Morphology of crack.

以上のように、窒化すれば疲労寿命は長くなるものの、窒化時間が長くまた温度が高くなれば表面破壊が生じる領域では短寿命になる。これは窒化により表面層に窒素が拡散すると同時に窒化物が生成され、それは主として旧オーステナイト粒界に析出し、その結果延性は大幅に低下するとともに粒界割れが生じたためだと考えられる。すなわち窒化による表面硬化の効果より表面のぜい化が悪影響を与え、高応力下では粒界割れを生じ、寿命が短くなったのと考えられる。一方内部破壊が生じる応力域では、内部き裂の伝播が主として硬化層境界近傍であり、そこでの硬さは両材でほぼ等しいことが理由だと考えられる。なお 57N-1 材の場合、前述したように逆変態オーステナイトが析出する温度条件であり、それは組織

Fig. 12. Specimen surfaces after tensile test.

境界に析出する。⁸⁾このことは上述の粒界割れ挙動にも関係するものと考えられるが窒化に及ぼす逆変態オーステナイトの影響については現時点では明らかではない。

4 結 言

マルエージング鋼に窒化した場合の疲労強度に関する有効性と問題点を明らかにするため、窒化の温度と時間を変えることにより窒化層の性質と深さを変化させ、疲労強度への影響を検討した。得られた主な結論は以下の通りである。

(1) 窒化により疲労強度は上昇するが、上昇の程度は窒化の温度と時間により大きく影響される。すなわち、不完全時効条件となる480℃で1hと5hの窒化を行った場合、疲労強度は大幅に上昇するが、過時効状態となる570℃の窒化温度では、疲労強度の上昇は小さい。

(2) 不完全時効状態の窒化材では、短寿命域で表面破壊、長寿命域で内部の介在物を起点とするフィッシュアイ破壊が生じた。これに関連してS-N曲線は二段折れ曲がりとなった。一方、過時効状態で窒化した場合すべての寿命域で表面破壊した。

(3) 窒化による疲労強度の上昇は、硬化および圧縮の残留応力生成が主な原因であり、上昇の程度が減少したのは窒化による旧オーステナイトの粒界割れが原因である。

参 考 文 献

- 1) 河部義邦, 金属材料, **14**, 77 (1974).
- 2) 岡田康孝, 金属, **4**, 8 (1984).
- 3) 村上敬宜, 日本機械学会論文集, **A-53**, 1482 (1987).
- 4) F. E. Brine, D. Webber and H. G. Baron, British Weld. Jour., **11**, 541 (1968).
- 5) V. F. Zackay, E. R. Parker and W. E. Wood, Proc. of 3rd Int. Conference on the strength of Metals and Alloys, **35**, 175 (1973).
- 6) 小林光征, 長坂明彦, 柏原正巳, 遠藤竜司, ニタ村朝比古, 材料, **38**, 789 (1989).
- 7) W. Karlinski, J. Tacikowski and K. Wojtyra, Surface Engineering, **15**, 483 (1999).
- 8) 森山三千彦, 高木節雄, 皮籠石紀雄, 材料, **49**, 631 (2001).
- 9) 森山三千彦, 高木節雄, 皮籠石紀雄, 熱処理, **41**, 266 (2001).
- 10) 森山三千彦, 永野茂憲, 皮籠石紀雄, 高木節雄, 長島悦一, 日本機械学会論文集, **A-65**, 2276 (1999).
- 11) 森山三千彦, 永野茂憲, 皮籠石紀雄, 高木節雄, 日本機械学会論文集, **A-67**, 711 (2001).
- 12) 森山三千彦, 永野茂憲, 皮籠石紀雄, 高木節雄, 材料, **50**, 1126 (2001).
- 13) 皮籠石紀雄, 深田一徳, 森野数博, 陳 強, 近藤英二, 日本機械学会論文集, **A-67**, 314 (2001).
- 14) 石井芳朗, 住友金属鉱山中央研究所報告, **10**, 5 (1995).
- 15) 角田方衛, 丸山典夫, 内山 郁, 鉄と鋼, **68**, 451 (1982).
- 16) 野末 章, 野瀬哲郎, 大久保忠恒, 金属誌, **50**, 1041 (1986).
- 17) 塩澤和章, 魯 連涛, 石原外美, 材料, **48**, 1095 (1999).
- 18) 村上敬宜, 野本哲志, 植田 徹, 村上保夫, 大堀 学, 材料, **48**, 1112 (1999).
- 19) 中島正貴, 酒井達雄, 清水利弘, 日本機械学会論文集, **A-65**, 2504 (1999).
- 20) 皮籠石紀雄, 森野数博, 岡 威憲, 田中伸明, 深田一徳, 日本機械学会論文集, **A-66**, 2036 (2000).
- 21) 酒井達雄, 武田光弘, 塩澤和章, 越智保雄, 中島正貴, 中村 孝, 小熊規泰, 材料, **49**, 779 (2000).
- 22) T. Sakai, Y. Sato and N. Oguma, Fatigue & Fracture of Eng. Mater. & Struc., **25**, 774 (2002).
- 23) 永野茂憲, 皮籠石紀雄, 森山三千彦, 西谷弘信, 近藤英二, 日本機械学会論文集, **A-68**, 1724 (2003).