試作高速度鋼の超高サイクル疲労強度特性に及ぼす窒化処理の影響*

平野貴士^{*1}, 島谷祐司^{*2}, 塩澤和章^{*3}, 吉本隆志^{*4}, 越 正夫^{*5}

Effect of Nitriding on Very High Cycle Fatigue Properties of Developed High Speed Steel

Takashi HIRANO, Yuji SHIMATANI, Kazuaki SHIOZAWA^{*3},
Takashi YOSHIMOTO and Masao KOSHI

^{*3} Graduate School of Science and Engineering, University of Toyama
Gofuku 3190, Toyama-shi, 930-8555 Japan

Evaluation of fatigue properties for new high speed steel nitrided was performed through a cantilever-type rotating bending fatigue test in air at room temperature in very high cycle fatigue (VHCF) regime. The high speed steel was made experimentally by control the chemical compositions to avoid formation of the GBF area near subsurface inclusion at crack origin, based on internal failure mechanism as ‘dispersive decohesion of spherical carbide’ model previously proposed by authors. Surface treatment was applied with both of radical nitriding and low-temperature nitriding. Fatigue strength was increased in the whole of applied stress amplitude levels by both nitridings. Fatigue failure mode was changed from a matrix cracking in surface of the untreated specimen to an internal-inclusion induced failure with GBF area of the nitrided specimens in VHCF regime, for the reason of surface layer having high hardness and high compressive residual stress. From the comparison with common high speed steel, JIS SKH51, failed by an internal- inclusion induced failure mode in VHCF regime, fatigue strength of nitrided specimens was increased about 35%. It was concluded that the GBF formation around a subsurface inclusion was restricted by decrease in distribution of small MC-carbide particles in the matrix and a large number of stress cycling were required for the formation of appropriate size for the GBF area to enable propagation as an ordinary crack.

Key Words : Giga Cycle Fatigue, Surface Treatment, Nitriding, Failure Mode, High Speed Steel

1. 緒 言

高強度・高硬度鋼や表面改質処理を施した高強度鋼などの超高サイクル疲労において、二段折れ曲がりあるいは二重 $S-N$ 曲線を呈することが明らかとなってきた⁽¹⁾⁻⁽¹⁷⁾。これは高応力振幅・短寿命域における表面破壊から、低応力振幅・長寿命域における内部介在物を起点とした内部破壊に破壊機構が変化することによって生じ、通常 $10^6 \sim 10^7$ 回程度で現れる疲労限度が消失する現象である。したがって、機械・構造物の安全性や信頼性を確保した疲労設計と保守・管理技術の確立のためには、 10^7 回を超える超高サイクル域で生じる内部破壊の機構を解明することが重要な課題であり、これまでに多くの研究が行われてきた⁽¹⁸⁾。超高サイクル域で生じる内部破壊の起点となった介在物周囲には凹凸の大きな粒状の領域、GBF (Granular Bright Facet) が観察され、塩澤らはこれまでに GBF 領域形成の機構として「微細炭化物の離散剥離説」を提案してきた^{(19),(20)}。また、この領域の形成が超高サイクル域の疲労破壊を支配することを指摘してきた。内部介在物周囲に形成される特異な領域およびその形成機構は塩澤らによるものの他、村上ら^{(21),(22)}は ODA と命名して介在物周囲にトラップされた水素の影響と繰

* 原稿受付 2010 年 12 月 2 日

^{*1} 学生員, 富山大学大学院理工学教育部 (〒930-8555 富山県富山市五福 3190)

^{*2} 正員, 富山大学大学院理工学教育部

^{*3} 正員, フェロー, 富山大学大学院理工学研究部

^{*4} 正員, 金沢工業大学基礎教育部 (〒921-8501 石川県石川郡野々市町扇が丘 7-1)

^{*5} (株)不二越マテリアル事業部 (〒931-8511 富山県富山市米田町 3-1-1)

E-mail: shiozawa@eng.u-toyama.ac.jp

返し応力の連成により形成されたとする水素脆化説を、また酒井ら⁽²³⁾は FGA と呼び介在物周囲の組織の微細化と空隙の連結により形成されたとする組織の微細化説を提案しており、現時点ではその形成機構が必ずしも明らかになっていない。

近年、機械・構造物の高効率化、省エネルギー化、軽量化などの観点から、高強度、高硬度、高じん性、高耐摩耗性を有し、かつ高い疲労信頼性を保証した高機能性材料の要求が高まってきている。この要求に対して著者らは高速度鋼の疲労強度特性を把握し、機械・構造物用高機能性材料としての適用を検討してきた^{(20),(24)-(27)}。しかし、前述の通り高速度鋼は超高サイクル域の疲労において内部破壊を生じるため、長期間の使用に対する疲労信頼性に劣ることが明らかとなり、内部破壊を抑制した新高速度鋼の開発の必要性が生じた。GBF 領域形成の機構「微細炭化物の離散剥離説」に従えば、内部破壊の起点となる介在物近傍に形成される微細炭化物量を減らすこと、または極微細化することによって GBF 領域の形成が抑制され、内部破壊の発生が抑えられることになる。著者らは前報において⁽²⁸⁾、この考え方に基づいて JIS SKH51 を基本材として、バナジウム (V)、タングステン (W)、モリブデン (Mo) および炭素 (C) の添加量を制御した新高速度鋼 MHS2 を試作し疲労強度評価を実施した。その結果、 10^9 回までの超高サイクル域の疲労において内部介在物を起点とする内部破壊が抑制され、表面の組織割れによる破壊のみを生じ、内部破壊を生じる高速度鋼 (SKH51) に比較して高疲労強度特性を有することが明らかとなった。詳細な組織観察の結果、V を主体とする MC 系炭化物の析出を抑制することによって GBF 領域の形成が抑えられ、超高サイクル域の繰返しによって基材組織の不均一性に基づく表面の組織割れが発生するものであることが示唆された。表面破壊のみを生じる試作鋼 MHS2 に対しては、適切な表面改質処理を施すことによって疲労強度の更なる向上を図ることが可能であると考えられる。

本研究は、試作鋼 MHS2 に表面改質処理を施し超高サイクル域の疲労強度特性の向上効果を検討することを目的とした。本実験では、ラジカル窒化および低温窒化の 2 方法によって処理した MHS2 を用いて室温・大気中における片持ち回転曲げ疲労試験を行い、疲労強度特性に及ぼす窒化処理の影響について検討した。これらの窒化法は従来のガス窒化法に比べて化合物層の生成が抑制できると共に表面粗さが良好で、基材部への熱的影響の少ない低温度による窒化処理が可能であることから、疲労強度への悪影響を避けることが可能であると判断して適用した。

2. 供試材および実験方法

2・1 供試材

本研究に用いた供試材は JIS SKH51 を基本として試作した高速度鋼 MHS2 であり化学組成は 0.5C-0.1W-2Mo-5Cr-0.5V-0.1Nb (mass %) である。MHS2 は真空誘導溶解 (VIM) とエレクトロスラグ再溶解 (ESR) によって溶製し、非金属介在物の低減を図った。また本試作鋼は、JIS SKH51 (0.9C-6.0W-5Mo-4Cr-2.0V) に比較して、C 含有量を減らし、さらに W, Mo および V の添加量を減らすことで、MC 系炭化物および M_6C 系炭化物の軽減を図っている。熱処理は真空焼入れ・焼戻し炉を用い、1373K 保持後ガス冷、その後 833K 保持後ガス冷の熱処理を 3 回施した。

疲労試験に用いた試験片は直径 16mm の押出し丸棒材より採取したものであり、図 1 に試験片の形状および寸法を示す。つかみ部直径 10mm、最小断面部直径 3mm の砂時計型丸棒試験片であり、弾性応力集中係数 $K_t=1.06$ である。試験片は素加工後前述の熱処理を行い、#60 相当の砥石 (WA) を用いて、砥石回転速度 3800rpm、ワーク回転速度 750rpm、切込み量 0.06mm で研削加工によって最終仕上げを行った。研削傷を除去するため、#1500 までのエメリー紙で研磨を行った後窒化処理を施した。ラジカル窒化処理は N_2+H_2 ガス中でグロー放電により

Fig. 1 Shape and dimensions of specimen tested.

高活性ラジカルを発生させるものであり、温度 725K で 6h 処理した。また、低温窒化処理は $\text{NH}_3+\text{CO}_2+\text{N}_2$ のガス中において温度 725K で 1h の条件で行った。以後本論文では、ラジカル窒化処理を施した試験片を RN (Radical Nitrided) 材、低温窒化処理を施した試験片を LN (Low-Temperature Nitrided) 材および窒化処理を施していない試験片を UT (Untreated) 材と呼ぶことにする。

2・2 実験方法

疲労試験は 4 連式片持ち回転曲げ疲労試験機を用い、繰返し速度 3150rpm ($f=52.5\text{Hz}$)、室温・大気中の実験室雰囲気下で実施した。疲労試験の打ち切り繰返し数は 10^9 回とした。疲労破面は走査型電子顕微鏡 (SEM, 日立製) を用いて観察した。また、硬さ分布測定にはビッカース微小硬度計 (荷重 500gf, 保持時間 30s) を用いた。残留応力測定にはリガク製 X 線回折装置を用い、 $\sin^2\phi$ 法により Cr-K α (211) 回折面の試験片軸方向残留応力を求めた。

3. 実験結果

3・1 組織観察結果

窒化処理材の試料表面から深さ方向の SEM による組織観察結果を図 2 に示す。図(a)は RN 材、図(b)は LN 材の結果である。エッチング液は 10% ナイタル (硝酸 10%, エタノール 90%) を用い、約 30 秒間のエッチング処理を施した。本供試材の金属組織は平均粒径 $10\mu\text{m}$ 程度の旧オーステナイト粒からなる焼戻しマルテンサイト組織となっている。試料表面近傍には窒化層が観察され、両材共に化合物層の形成は認められなかった。窒化層の深さは RN 材で $80\sim 90\mu\text{m}$ 、LN 材で約 $30\sim 40\mu\text{m}$ 程度であった。

3・2 硬さおよび残留応力分布測定結果

図 3 に両窒化処理材の表面から内部方向へのビッカース硬さ分布測定結果を示す。図より、両材共に表面近傍で最大の硬さを示し、内部方向に硬さが減少し基材の硬さ (737HV) に漸近している。硬さの上昇が認められる領域は、RN 材で約 $80\mu\text{m}$ 、LN 材では約 $40\mu\text{m}$ であった。

図 4 に X 線残留応力の表面から内部方向への測定結果を示す。内部方向への測定は試料表面を電解研磨により逐次除去することで行った。なお、表面除去に伴う残留応力の再配分の補正は行っていない。図より両窒化材とも表面で最大の圧縮残留応力を示し、その値は RN 材で約 1300MPa、LN 材で約 850MPa である。また、圧縮残留応力の生じている領域の深さ (クロッシングポイント) は、RN 材で $80\mu\text{m}$ 、LN 材で $30\mu\text{m}$ であり、硬さの上昇している領域とほぼ同程度であった。窒化による硬さの上昇、圧縮残留応力の大きさおよび窒化の影響領域の

Fig. 2 SEM observation of microstructure in surface layer of materials nitrided.

Fig. 3 Vickers hardness distribution of specimen nitrided.

Fig. 4 Experimental measurement for residual stress distribution of specimen nitrided.

大きさ共にラジカル窒化処理の方低温窒化処理に比べて大きい。

3・3 疲労試験結果

疲労試験により得られた $S-N$ 曲線を図 5 に示す。応力振幅 σ_a は試験片表面の公称応力である。図中の実験点は後述する破面観察結果を基に、表面き裂発生型破壊 (S 型)、内部き裂発生型破壊でき裂発生起点となった介在物近傍に GBF 領域を形成しない破壊 (I 型)、および GBF 領域を形成した内部破壊 (IG 型) の 3 種類に分類して示したものである。また、図中には窒化処理を施していない材料 (UT 材) および SKH51 (硬さ 761HV) の疲労試験結果⁽²⁸⁾を併記した。なお、図の煩雑さを避けるために、ラジカル窒化材 (RN 材) と低温窒化材 (LN 材) の実験結果を個別に示した。前報で示した UT 材の疲労試験結果から、高応力振幅・短寿命域では表面の粗大な炭化物を起点とする S 型破壊であり、低応力振幅・長寿命域ではき裂発生起点に介在物が観察されない表面の組織割れ (S 型破壊) となり、二段折れ曲がり $S-N$ 曲線となった。一方、SKH51 は、高応力振幅・短寿命域における表面介在物を起点とする S 型破壊から、低応力振幅・長寿命域における内部介在物を起点とする I 型および IG 型破壊に遷移する二段折れ曲がり $S-N$ 曲線を示した。なお、 10^6 回を越える長寿命域の疲労強度は UT 材の方が SKH51 よりも高く、IG 型破壊を支配する GBF 領域の形成を抑制した効果の認められる結果を得ている⁽²⁸⁾。

図 5(a) は RN 材の $S-N$ 曲線である。RN 材の疲労寿命は UT 材と比較して全応力振幅域で向上し、 10^7 回を越える超高サイクル域では約 20% 疲労強度が向上しラジカル窒化の効果が認められた。応力振幅 $\sigma_a=1200\text{MPa}$ 以上の高応力振幅域では内部の炭化物あるいは非金属介在物を起点とする I 型破壊であり、それ以下の破断繰返し数が 10^7 回を超える超高サイクル域では IG 型破壊であった。本実験の範囲では RN 材に S 型破壊は生じておらず、ラジカル窒化による表面強化の効果が認められた。また、IG 型破壊を生じる超高サイクル域の疲労強度を比較すると、RN 材の疲労強度が SKH51 よりも高くなっている。図 5(b) の LN 材の $S-N$ 曲線から、 $\sigma_a=1200\text{MPa}$ 以上の高応力振幅域では RN 材とほぼ同程度の疲労強度を示し、UT 材に比べて疲労強度の向上が認められる。しかし、低応力振幅域では表面または内部の組織割れによる破壊が生じ、UT 材と同程度の疲労寿命となり、窒化処理の効果が

Fig. 5 $S-N$ diagram of radical nitrided specimen (a) and low-temperature nitrided one (b).

認められない。これは低温窒化処理による窒化層内の脆弱部の存在によるものと考えられ、後に検討する。

3・4 破面観察結果

RN 材の疲労破面の SEM 観察結果を図 6 に示す。図は内部介在物を起点とする I 型破壊（図(a)）と IG 型破壊（図(b)）の一例である。両図共にき裂発生起点は炭化物であるが、一部アルミナ系の非金属介在物も観察された（図 5 中に介在物の種類を分類して表示）。図(b)から明らかなように、超高サイクル域で疲労破壊した破面には、内部き裂発生起点となった介在物周囲に GBF 領域の形成が観察される。LN 材の内部介在物を起点とする I 型および IG 型破壊は図 6 と同様な破面様相を示していた。

図 7 は LN 材の組織割れの破面写真である。図 7(a)はき裂発生起点に観察された試料表面部の組織割れであり、平坦なファセット状の領域が見られる。この様相は UT 材で観察された組織割れ⁽²⁸⁾と同様であり、EPMA 解析の結果、介在物や化学組成の偏析などの異常は認められなかった。図(b)に試料内部をき裂発生起点とする破面観察結果を示す。き裂発生起点から放射状の筋状模様が観察され、フィッシュアイを形成していたが、き裂発生起点には図(a)に示したようなファセット状の領域は観察されず、また介在物なども認められなかった。このような破壊様相を本研究では組織割れとして分類した。LN 材に観察された内部の組織割れは、後述するように、窒化層内の試料表面に近い領域に観察されたことから、結晶粒界などへの窒素の不均一拡散・偏析によって生じた脆弱部が影響した可能性が考えられる。

Fig. 6 SEM observation of fracture surface around subsurface crack initiation site in radical nitrided specimen: (a) I-mode failure; $\sigma_a=1400\text{MPa}$, $N_f=2.23 \times 10^5$ cycles and (b) IG-mode failure; $\sigma_a=1000\text{MPa}$, $N_f=2.41 \times 10^8$ cycles.

Fig. 7 SEM observation of fracture surface around crack initiation site in low-temperature nitrided specimen: (a) surface matrix cracking; $\sigma_a=900\text{MPa}$, $N_f=8.22 \times 10^7$ cycles and (b) subsurface matrix cracking; $\sigma_a=850\text{MPa}$, $N_f=6.93 \times 10^7$ cycles.

3・5 疲労破面の定量的検討

疲労破面の観察結果を基に、フィッシュアイの形状、き裂発生起点となった介在物の大きさおよびその位置（深さ）について定量的検討を行った。

図 8 は破面上に観察されたフィッシュアイの SEM 写真である。図から明らかなように、フィッシュアイの形状は扁平な楕円状となっており、窒化による硬さの上昇および圧縮残留応力の付与のために試験片表面方向へのき裂進展が拘束されていることがわかる。また、フィッシュアイの境界は試料表面に達している場合（図(a)）と内部に留まっている場合（図(b)）が観察された。これは表面近傍に存在する圧縮残留応力の影響により、内部のき裂が表面に達する以前に最終破壊したことによる^{(29),(30)}と考えられる。図(b)のフィッシュアイ様相は LN 材に比べて RN 材に多く観察されたが、表面近傍の圧縮残留応力の大きさに依存するも

Fig. 8 Macroscopic view of fish-eye pattern on fracture surface of low-temperature nitrided specimen; $\sigma_a=1200\text{MPa}$, $N_f=5.16 \times 10^6$ cycles (a) and radical nitrided specimen; $\sigma_a=1000\text{MPa}$, $N_f=2.42 \times 10^8$ cycles (b).

Fig. 9 Experimental relationship between aspect ratio of fish-eye, a/b , and number of cycles to failure, N_f .

Fig. 10 Experimental relationship between size of crack origin and fatigue life.

のであると推察される。フィッシュアイの試験片半径方向長さ $2b$ (楕円形状の短軸) とそれに直交方向の長さ $2a$ (同長軸) を求め (図(a)参照), それらの比 a/b と疲労寿命 N_f の関係で整理した結果を図 9 に示す。フィッシュアイの形状比 a/b は短寿命域 (高応力振幅域) では 1~1.2 程度となりほぼ円形の形状となるが, 長寿命域では扁平の度合いが大きくなる。

RN 材および LN 材のき裂発起点となった介在物の面積 $area_{inc}$ および GBF 領域の面積 $area_{GBF}$ (介在物の面積を含む) を測定し, それらの寸法 $\sqrt{area_{inc}}$ および $\sqrt{area_{GBF}}$ と N_f との関係求めた結果を図 10 に示す。なお, 面積 $area$ は破面写真から測定したものであり, 負荷応力軸に垂直方向への投影面積である。介在物の寸法は 4~13 μm の範囲に分布しており, N_f の依存性は無く, また RN 材と LN 材の差は認められない。GBF 領域の寸法は N_f の増加に伴って大きくなる傾向を示す。図中には LN 材で認められたファセット状の組織割れの寸法を介在物と同様な方法で求めた結果を併記した。この大きさは介在物寸法よりも大きく, GBF 領域の寸法と同程度であった。

Fig. 11 Experimental results of depth of crack initiation site from specimen surface relating to fatigue life.

図 11 にき裂発生起点の表面からの深さ d_i と N_f の関係を示す。図中の破線は RN 材および LN 材の圧縮残留応力が零になる深さを示している。図より、両窒化材の介在物を起点とする内部破壊は圧縮残留応力の影響の小さい位置で生じている。一方、LN 材の長寿命域(低応力振幅域)で生じた組織割れは圧縮残留応力の存在する窒化層内である。この場合、き裂発生起点の深さ d_i は $15\mu\text{m}$ 以内であり試験片表面の極近傍である。したがって、窒化層内の脆弱部がき裂発生起点となっていると推定される。

3・6 窒化層内脆弱部除去材の疲労試験結果

前節の結果より、LN 材の低応力振幅域で発生した組織割れは窒化層内の脆弱部の影響によるものであることが推察された。この脆弱部の深さは $15\mu\text{m}$ 程度以内であると推測されたため、LN 材の試験片表面をエメリー紙で約 $15\mu\text{m}$ 研磨・除去した試験片(以後、LN-P 材と呼ぶ)を作製して疲労試験を行った。実験結果を図 5(b)に併記した。LN-P 材の疲労寿命は組織割れを生じた LN 材に比べて向上しており、IG 型破壊であった。疲労破面の定量的解析結果を図 9～11 に併記した。内部き裂発生起点となった介在物寸法および GBF 領域寸法は RN 材と同程度であった。また、き裂発生起点の深さ d_i は試験片内部の圧縮残留応力の存在しない領域であった。なお、図 11 に併記した LN-P 材の d_i は表面除去厚さを加えた値として表示した。以上の結果より、低温窒化処理は疲労強度に悪影響を及ぼす脆弱部を窒化層内に生じる可能性があり注意が必要である。なお本実験の範囲内においては、ラジカル窒化処理による窒化層に脆弱部は認められなかった。

4. 考 察

4・1 き裂発生起点の破壊力学的検討

内部き裂発生起点となった介在物寸法 $\sqrt{\text{area}_{\text{inc}}}$ および GBF 寸法 $\sqrt{\text{area}_{\text{GBF}}}$ を用いて、村上ら⁽³¹⁾による次式により応力拡大係数範囲 ΔK_{inc} および ΔK_{GBF} を算出した。

$$\text{内部介在物に対して;} \quad \Delta K_{\text{inc}} = 0.5\sigma_{ai}\sqrt{\pi\sqrt{\text{area}_{\text{inc}}}} \quad (1)$$

$$\text{GBF に対して;} \quad \Delta K_{\text{GBF}} = 0.5\sigma_{ai}\sqrt{\pi\sqrt{\text{area}_{\text{GBF}}}} \quad (2)$$

$$\text{ここで,} \quad \sigma_{ai} = \sigma_a \left(1 - \frac{2d_i}{d}\right) \quad (3)$$

上式において、 σ_{ai} は介在物の位置と回転曲げにおける負荷応力勾配の影響を考慮した真の応力振幅、 d は試験片の直径である。

図 12 に式(1)および(2)から求めた応力拡大係数範囲と破断繰返し数 N_f の関係を示した。図より、 ΔK_{inc} は N_f の増加に伴って減少する傾向がみられ、RN, LN および LN-P の 3 供試材間に差は無い。また、いずれの供試材においても $\Delta K_{\text{inc}} \approx 3.5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 以下の介在物周辺には GBF 領域が形成されていた。これら GBF 領域の ΔK_{GBF} は

Fig. 12 Relationship between stress intensity factor range at crack origin and fatigue life.

3.5MPa $\sqrt{m}$ 以上となった。したがって、内部介在物から直接き裂が発生・進展できる下限界応力拡大係数範囲 ΔK_{th} は 3.5MPa $\sqrt{m}$ 程度と推定される。この ΔK_{th} 以下の応力拡大係数範囲を有する介在物は疲労過程に GBF 領域を形成した後に通常のき裂が進展して破壊に至ることになる。なお、内部介在物からのき裂発生は窒化による圧縮残留応力の影響の無い領域であることから、窒化処理方法の違いによる影響は受けない。ただし、試験片内部には表面層の圧縮残留応力に釣合う引張残留応力が発生していることになるが、その影響は無視できる程度であると予想される。図中には LN 材で生じたファセット状の組織割れの大きさから求めた応力拡大係数範囲 ΔK_{facet} の値を併記した。 ΔK_{facet} の計算は、表面介在物の ΔK_{inc} の求め方と同様に、式(1)右辺の係数 0.5 を 0.65、 $area_{inc}$ を $area_{facet}$ に置き換えて求めた。求めた ΔK_{facet} の値は $\Delta K_{th}=3.5MPa\sqrt{m}$ 以上であることから、疲労過程における組織割れの発生とき裂進展によって最終破壊することになる。なお、内部の組織割れについては、き裂発生起点の大きさが特定できなかったため考察の対象から除外した。

4・2 疲労強度に及ぼす介在物寸法および負荷応力勾配の影響

本実験から得られた $S-N$ 曲線から、疲労寿命のばらつきが見られ、また窒化処理法の違いによる疲労寿命の違いが若干認められた。これらは窒化による圧縮残留応力の大きさと分布の違い、き裂発生起点となった内部介在物の大きさおよびその位置（深さ）の違い、荷重負荷形式に基づく負荷応力勾配の影響などが考えられる。これらの影響を考察するために、本節では Mayer ら⁽³²⁾が提案した寿命評価式(4)を用いて検討した。

$$\left\{ \sigma_{ai} (area_{inc})^{1/12} \right\}^{\alpha} N_f = C \quad (4)$$

図 13 は上式に基づいて、RN、LN および LN-P の 3 供試材の $\sigma_{ai}(area_{inc})^{1/12}$ と N_f の関係を求めた結果である。図より、本整理法によって 3 供試材の疲労強度が統一的に整理可能で一本の直線で近似でき、 $S-N$ 曲線に見られた実験結果のばらつきが小さくなることがわかる。すなわち、供試材間の疲労寿命の違いおよび実験結果のばらつきは、内部き裂発生起点となった介在物の大きさのばらつきおよび介在物の位置に作用する真の応力振幅の違いに依存するものである。

Fig. 13 Evaluation of fatigue life by stress amplitude at crack initiation site multiplied with (area of inclusion)^{1/12}.

4・3 窒化処理による疲労強度の改善と疲労損傷機構

片持ち回転曲げ疲労試験の結果、超高サイクル域において内部介在物からのき裂発生を抑制して表面破壊のみを生じる試作高速度鋼 MHS2 に窒化による表面改質処理を施した試験片の疲労寿命は全寿命域で向上することが明らかになった。これは窒化処理による試料表面層の高硬化化と圧縮残留応力の付与の影響であり、表面におけるき裂発生が抑制された結果である。しかし、表面き裂の発生が抑制されたことにより、き裂発生は試料内部の介在物を起点とする内部破壊に遷移した。回転曲げ疲労試験では負荷応力勾配の影響が存在することから、内部介在物位置における応力振幅は低下し、深い位置からのき裂発生ほど疲労寿命は向上することになる。したがって、表面圧縮残留応力の形成層を深く（厚く）する程き裂発生位置は内部方向に移行し疲労寿命の向上効果は大

きくなる。本実験の結果、窒化による硬さおよび圧縮残留応力の大きさは RN 材の方が LN 材に比べて大きく、また、硬さの向上および圧縮残留応力の存在する領域の深さは前者の方が後者よりも大きくなったことから、両者の長寿命域の疲労強度に若干の違い（図 5(b)）が生じたものと思われる。また、内部き裂の進展速度は環境効果によって、表面き裂のそれに比較して遅くなることが知られており、これも疲労寿命向上の原因の一つである。表面層の圧縮残留応力が大きいほど内部き裂の進展速度は低下することになるが、内部き裂が表面層に到達する前に疲労破壊靱性値に等しい内部き裂が形成されて最終破壊を生じる場合には十分な疲労寿命の向上は期待できない。

さて、試作高速度鋼 MHS2 は SKH51 に比較して基材中の MC 系炭化物生成を軽減して GBF 領域の形成を抑制したものである。極値統計解析の結果から⁽²⁸⁾、MHS2 および SKH51 の回転曲げ疲労試験における危険断面積中には $10\sim 12\mu\text{m}$ 程度の介在物の存在することが推察された。また疲労試験の結果、介在物を起点とする表面破壊の疲労寿命は両材で同程度であった。したがって、両材共に介在物を起点とする内部破壊を生じる可能性が示唆された。しかし、MHS2 未処理材では GBF 領域形成を抑制することにより、GBF 領域を形成して内部破壊を生じる前に、表面部の弱い結晶から疲労き裂が発生して破壊に至るものであった。本実験の結果から、窒化処理を施すことによって SKH51 と同様に GBF 領域を形成する内部破壊、IG 型破壊、が出現する結果となった。表面改質処理によって表面部の弱い結晶が改善された場合には再度 GBF 領域を伴う内部破壊が出現する可能性があり、両材に同程度の大きさの介在物が存在することを考えれば矛盾は無い。図 10 に MHS2 未処理材および SKH51 のき裂発生起点となった介在物の大きさ⁽²⁸⁾を併記した。SKH51 の内部き裂発生起点の一部に $25\sim 28\mu\text{m}$ とやや大きな介在物が存在したが（これらは GBF 領域を形成しない I 型破壊）、両材および窒化材間で介在物の大きさに有意な差は無いものと判断できる。GBF 領域形成機構「微細炭化物の離散剥離説」に従えば、剥離を生じる MC 系炭化物の数が少なく、剥離によって生じた微小き裂の合体に多くの繰返し数を必要とすることになり、GBF 領域を形成して疲労破壊する IG 型破壊はより長寿命となる。GBF 領域形成期間は全疲労寿命の 90%以上であることから⁽³³⁾、超高サイクル域の疲労強度は GBF 領域形成によって支配される。図 5(a)に比較のため示した SKH51 の 10^6 回を越える長寿命域では GBF 領域を形成する IG 型破壊が生じており二段折れ曲がり $S-N$ 曲線を呈する。IG 型破壊を生じる領域の疲労寿命を比較すると、RN 材は SKH51 に比べて 100 倍以上の長寿命となっており、また 10^8 回疲労強度は 35%以上向上していることがわかる。RN 材基材部の硬さは SKH51 に比べて低いことから疲労強度の向上は基材強度の影響では無く、また、両材の内部き裂発生起点となった介在物寸法に大差の無いことから、GBF 領域形成期間の違いが疲労寿命に影響したものとして推察される。なお、内部介在物寸法が 1.5~2 倍程度異なると疲労寿命に 10 倍程度の違いを生じる可能性があり、 $S-N$ 曲線のばらつく原因であることをこれまでに報告した^{(27),(34)}。SKH51 に窒化処理を施した試験片⁽²⁴⁾および高炭素クロム軸受け鋼 JIS SUJ2 にショットピーニング処理を施した試験片⁽³⁰⁾の回転曲げ疲労試験の結果、IG 型破壊を生じる長寿命域の疲労寿命に表面改質処理の影響が認められず、未処理材と同程度の疲労強度となることが明らかとなっている。差違を生じない理由は表面残留応力の影響しない領域からの内部き裂発生のためである。これらの実験結果を基に介在物寸法の違いを考慮したとしても、RN 材の内部破壊の疲労寿命は SKH51 材のその 10 倍程度向上していると判断できる。したがって、MHS2 の窒化処理による長寿命域における内部破壊の疲労寿命向上は MC 系炭化物生成の低減による GBF 領域形成の遅延効果によるものであると結論することができる。なお、RN 材の 10^9 回疲労強度は約 950MPa であり、SKH51 の 650MPa に比べて大幅に向上していることは特筆すべき実験結果である。

5. 結 言

超高サイクル域で介在物を起点とする内部破壊を抑制することを目的として試作した高速度鋼にラジカル窒化および低温窒化の 2 種類の表面改質処理を施した試験片の回転曲げ疲労試験を行い、疲労強度向上効果について検討した。本研究から得られた結果は以下の通りである。

- (1) ラジカル窒化処理によって形成された窒化層の硬さおよび圧縮残留応力は低温窒化処理のそれらに比べて大きく、また、窒化層深さも大きくなった。
- (2) ラジカル窒化材の疲労強度は未処理材に比べて全応力振幅域で向上した。疲労破壊は未処理材の表面破壊から、ラジカル窒化材の介在物を起点とする内部破壊に変化した。超高サイクル域では GBF 領域を形成す

る内部破壊であった。

- (3) 低温窒化材の疲労強度もラジカル窒化材と同程度であったが、窒化層内に疲労損傷に対して悪影響を及ぼす脆弱部が形成され超高サイクル域の疲労強度を低下させる可能性のあることを指摘した。
- (4) MC 系炭化物の数を減らして GBF 領域の形成を抑制した試作高速度鋼は窒化処理によって超高サイクル域で GBF 領域を形成する内部破壊が生じるが、GBF 領域形成の遅延効果により疲労寿命は従来材料に比較して大幅に向上した。

以上の結果より、高速度鋼の超高サイクル域の疲労破壊に認められる GBF 領域の形成には微細炭化物が影響しており、この微細炭化物を制御することによって、また、適切な表面改質処理を施すことによって疲労強度に優れた高速度鋼を開発できる可能性のあることが示唆される。

本研究は科学研究費補助金（基盤研究(C)，課題番号 19560080）を受けて実施したものである。本実験の実施に際して協力を得た富山大学技術専門職員・友坂敏信氏および卒業研究の一環として協力を得た松田祐樹氏に謝意を表す。

文 献

- (1) Murakami, Y., Takada, M. and Toriyama, T., “Superlong life tension-compression fatigue properties of quenched and tempered 0.46% carbon steel”, *International Journal of Fatigue*, Vol. 16, No.9 (1998), pp.661-667.
- (2) Murakami, Y., Nomoto, T. and Ueda, T., “Factors influencing the mechanism of superlong fatigue failure in steels”, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, Vol. 22 (1999), pp.581-590.
- (3) Nishijima, S. and Kanazawa, K., Stepwise S-N curve and fish-eye failure in gigacycle fatigue, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, Vol. 22 (1999), pp.601-607
- (4) Miller K J, O'Donnell W J., “The fatigue limit and its elimination”, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, Vol. 22 (1999), pp.545-557.
- (5) Bathias C., “There is no infinite fatigue life in metallic materials”, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, Vol. 22 (1999), pp. 559-65.
- (6) 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, “高炭素クロム軸受鋼の広寿命域における特徴的回転曲げ疲労特性に関する実験的検証”, 材料, Vol. 49, No. 7 (2000), pp. 779-785.
- (7) Shiozawa, K., Lu, L. and Ishihara, S., “S-N curve characteristics and subsurface crack initiation behavior in ultra-long life fatigue of a high carbon-chromium bearing steel”, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, Vol. 24, No.12 (2001), pp. 781- 790.
- (8) 酒井達雄, 武田光弘, 田中伸明, 金光学, 小熊規泰, 塩澤和章, “高炭素クロム軸受鋼の超広寿命域における回転曲げ疲労特性と破面形態”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol. 67, No.663 (2001), pp. 1805- 1812.
- (9) Ochi, Y., Matsumura, T., Masaki, K. and Yoshida, S., “High-cycle rotating bending fatigue property in very long-life regime of high-strength steels”, *Fracture of Engineering Materials and Structures*, Vol. 25, No. 8/9 (2002), pp. 823-830.
- (10) Murakami, Y., Yokoyama, N.N. and Nagata, J., “Mechanism of fatigue failure in ultra-long life regime”, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, Vol. 25, No.12 (2002), pp. 735- 746.
- (11) 魯連涛, 塩澤和章, 森井祐一, “高速度工具鋼 SKH51 の超長寿命疲労挙動と破壊形態”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.69, No.679 (2003), pp.662-670.
- (12) 塩澤和章, 西野精一, 谷内康之, “高速度工具鋼 SKH51 の内部疲労破壊に及ぼす応力比の影響”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.72, No.720 (2006), pp.1153-1160.
- (13) Wang, Q.Y., Zhang, H., Sriraman, M.R. and Li, S.X., “Very long life fatigue behavior of bearing steel AISI 52100”, *Key Engineering Materials*, Vols. 297-300 (2006), pp. 1846-1851.
- (14) Shiozawa, K. and Lu. L., “Internal fatigue failure mechanism of high strength steels in gigacycle regime”, *Key Engineering Materials*, Vols. 378-379 (2008), pp. 65-80.
- (15) Shiozawa, K. and Lu. L., “Effect of non-metallic inclusion size and residual stresses on gigacycle fatigue properties in high strength steel”, *Advanced Materials Research*, Vols. 44-46 (2008), pp. 33-42.

- (16) 塩澤和章, 柴田暢宏, 丸山泰弘, “低合金鋼 SNCM439 の超高サイクル疲労特性に及ぼす焼もどし温度の影響”, 材料, Vol.57, No.9 (2008), pp.905-912.
- (17) Shiozawa, K., Hasegawa, T., Kashiwagi, Y. and Lu, L., “Very high cycle fatigue properties of bearing steel under axial loading condition”, *International Journal of Fatigue*, Vol.31, No.5, (2009) pp.880-888.
- (18) 例えば国際会議として, First international conference was held as “Fatigue Life in the Gigacycle Regime”, 1998 in Paris. The second: “Fatigue in the Very High Cycle Regime”, 2001 in Vienna, The third: “Very High Cycle Fatigue (VHCF-3)”, 2004 in Kyoto/Kusatsu, and the fourth: “Very High Cycle Fatigue (VHCF-4)”, 2007 in Ann Arbor, Michigan.
- (19) Shiozawa, K., Morii, Y., Nishino, S. and Lu, L., “Subsurface crack initiation and propagation mechanism in high-strength steel in a very high cycle fatigue regime”, *International Journal of Fatigue*, Vol.28, No.11 (2006), pp.1520-1532.
- (20) Shiozawa, K., Morii, Y., Nishino, S., “Subsurface crack initiation and propagation mechanism under the super-long fatigue regime for high speed tool steel (JIS SKH51) by fracture surface topographic analysis”, *JSME International Journal*, Series A, Vol.49, No.1 (2006), pp.1-10.
- (21) Murakami Y, Nomoto T, Ueda T., “On the mechanism of fatigue failure in the superlong life regime (>10⁷ cycles), Part I: influence of hydrogen trapped by inclusions”, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, Vol. 23, No. 11 (2000), pp.893-902.
- (22) Murakami Y, Nomoto T, Ueda T., “On the mechanism of fatigue failure in the superlong life regime (>10⁷ cycles), Part II: a fractographic investigation”, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, Vol. 23, No. 11 (2000), pp. 903-910.
- (23) Sakai T., “Review and prospects for current studies on very high cycle fatigue of metallic materials for machine structural use”, *Proceedings of the 4th International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF-4)*, Ed. by Allison, J. E., Jones, J. W., Larsen, J. M. and Ritchie, R. O., (2007), pp. 3-12, TMS.
- (24) 魯連涛, 塩澤和章, “高速度工具鋼 SKH51 の超長寿命域の疲労挙動に及ぼす表面処理の影響”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.69, No.684 (2003), pp.1195-1202.
- (25) 島谷祐司, 塩澤和章, 仲田武弘, 吉本隆志, “高速度工具鋼の超高サイクル疲労強度特性に及ぼす表面残留応力および介在物寸法の影響”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.75, No.759 (2009), pp.152-161.
- (26) Shimatani, Y., Shiozawa, K., Nakada, T., Yoshimoto, T. and Lu, L., “The effect of the residual stresses generated by surface-finishing methods on the very high cycle fatigue behaviour of matrix HSS”, *International Journal of Fatigue*, Vol.32 No.2 (2011), pp.122-131.
- (27) Shimatani, Y., Shiozawa, K., Nakada, T. and Yoshimoto, T., “Effect of surface residual stress and inclusion size on fatigue failure mode of matrix HSS in very high cycle regime”, *Procedia Engineering*, Vol. 2 (2010), pp. 873-882.
- (28) 塩澤和章, 島谷祐司, 仲田武弘, 吉本隆志, 越正夫, “内部破壊機構に基づいて開発した高速度鋼の超高サイクル疲労強度特性”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.76, No.772 (2010), pp.1689-1697.
- (29) 塩澤和章, 大谷利宏, 西野精一, 岡根正樹, 河村新吾, 長縄毅, “プラズマ利用複合表面処理工具鋼 (SKD61) の疲労強度と内部き裂進展特性”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.64, No.628 (1998), pp.3050-3057.
- (30) Shiozawa, K. and Lu, L., “Very high cycle fatigue behavior of shot-peened high-carbon-chromium bearing steel”, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, Vol. 25, No.8/9, (2002), pp. 813-822.
- (31) Murakami, Y. and Endo, M., Effects of defects, inclusions and inhomogeneities on fatigue strength, *International Journal of Fatigue*, Vol.16, No.3 (1994), pp.163-182.
- (32) Mayer, H., Haydn, W., Schuller, R., Issler, S., Furtner, B. and Bacher-Hochst, M., “Very high cycle fatigue properties of bainitic high carbon-chromium steel”, *International Journal of Fatigue*, Vol.31, No.2 (2009), pp.242-249.
- (33) 魯連涛, 塩澤和章, “高炭素クロム軸受鋼の超長寿命疲労挙動に及ぼす二段二重変動荷重の影響と内部き裂進展挙動”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol. 68, No. 675 (2002), pp. 1066-1073.
- (34) Shiozawa, K., Murai, M., Shimatani, Y. and Yoshimoto, T., “Transition of fatigue failure mode of Ni-Cr-Mo low-alloy steel in very high cycle regime”, *International Journal of Fatigue*, Vol. 32, No. 3 (2010), pp. 541-550.