浸炭焼入れしたSAE4320鋼における内部起点剥離寿命に 及ぼす残留オーステナイトの影響

金谷 康平^{1)*}・三上 剛¹⁾・潮田 浩作²⁾

Effect of Retained Austenite on Sub-surface Initiated Spalling during Rolling Contact Fatigue in Carburized SAE4320 Steel

Kohei KANETANI, Tsuyoshi MIKAMI and Kohsaku USHIODA

Synopsis : The effect of retained austenite (γ_R) on rolling contact fatigue (RCF) properties was carefully investigated using carburized SAE4320 steel. We intentionally prepared specimens with four different volume fractions of γ_R from 6% to 39% controlling subzero heat treatment. The effect of γ_R on RCF was examined by means of hardness measurement, X-Ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscope (SEM) and Transmission Electron Microscope (TEM). RCF test revealed that sub-surface initiated spalling life is prolonged as volume fraction of γ_R increases. At the region of the depth z_0 where the orthogonal shear stress becomes maximum, γ_R mostly transformed to martensite, resulting in the significant increase in Vickers hardness. SEM observation showed that the region of initially γ_R exhibited high resistance to RCF. Moreover, TEM analysis revealed that the initially γ_R region changed into mixed structure of very fine hard martensite with still remaining γ_R . This suggests that the transformation of γ_R to fine hard martensite during RCF contributed to the improvement in RCF life.

Key words : rolling contact fatigue (RCF); steel; martensite; austenite; phase transformation; microstructural alteration; XRD; SEM; TEM.

1. 緒言

近年、地球環境の保護に対する意識が世界的に高まってきたおり、転がり軸受においても、省エネルギー化や省資源化に貢献するため、小型・軽量化が要求されている。転がり軸受は、点接触や線接触で荷重を支持する機械部品であり、局所的に数GPaの高い接触応力が作用するため、構成要素である軌道輪や転動体には高強度の鉄鋼材料が使用されている。軸受の小型・軽量化に伴い、接触状態は過酷化してきているため、従来よりも優れた転動疲労 (Rolling Contact Fatigue : RCF) 特性を発揮する鉄鋼材料の開発、およびそれを実現するためのマイクロ組織の制御が求められている。

軸受の転動疲労による損傷は、その発生プロセスの違いによって内部起点剥離と表面起点剥離に分けられる。このうち、表面起点剥離は、潤滑剤への硬質異物の混入や潤滑不良に起因して発生する破損形態である。特に、硬質異物が軌道輪と転動体の間に入り込み、軌道に圧痕を形成することで生じる圧痕起点剥離については、マイクロ組織との関係を明らかにした結果が多数報告されている¹⁻⁴⁾。これらは、焼入れした軸受用鋼の主要なマイクロ組織であるマルテンサイト、残留オーステナイト (以降、 γ_R)、炭 (窒) 化物のうち、軟質な γ_R を活用することによって、圧痕起点剥離寿

命が向上すると説明している。そのメカニズムは、転動中の応力集中を低減するように圧痕形状を制御するという考え¹⁻³⁾と、転動中に γ_R をマルテンサイトに加工誘起変態させることでマイクロ組織の疲労を抑制するという考え⁴⁾が主である。

一方、内部起点剥離は、鋼中に存在する非金属介在物が起点となって発生する破損形態である。そのため、非金属介在物を小さく、少なくすることで清浄度を向上させることが、内部起点剥離の発生を抑制する主方策となり⁵⁾、材料の製鋼段階で対策が講じられる。しかしながら、近年では、製鋼技術の進歩によって清浄度は上限に達してきており、高清浄化による内部起点剥離寿命の向上は頭打ちとなっている^{6,7)}。そこで、非金属介在物の周囲のマイクロ組織を強化し、き裂の発生や進展を抑制することが、内部起点剥離寿命の向上に貢献すると考えられる。転動面下の剥離の起点となる領域では、繰り返し応力によって疲労が進行し、局所的にマイクロ組織が変化する⁸⁾ため、内部起点剥離寿命の向上には、この組織変化を抑制することが求められる。これには、従来から知られるように、材料成分の調整^{6,8,9)}と熱処理によるマイクロ組織の最適化の双方が有効である。材料成分の調整については、Si, Cr, Mo等を添加することで焼戻しマルテンサイトの軟化抵抗を高め、組織変化を抑制する取り組みがある。しかしながら、これらは鋼材

2018年10月19日受付 2018年11月27日受理 (Received on Oct. 19, 2018 ; Accepted on Nov. 27, 2018)

1) (株)ジェイテクト 材料研究部 (Material R&D Dept., JTEKT Corporation, 24-1 Kokubuhiganjo-cho Kashiwara Osaka 582-8588)

2) 金沢大学大学院自然科学研究科 (Graduate School of Natural Science and Technology, Kanazawa University)

* Corresponding author : E-mail : kohei_kanetani@jtekt.co.jp

DOI : <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2018-142>

の加工性を低下させる元素として知られており、さらにCr, Mo等は希少な合金元素であるため、これらの添加に頼らない長寿命化方策が要求されている。したがって、熱処理によってマイクロ組織を最適化することにより、疲労強度を向上させることが必要である。

マイクロ組織のうち、 γ_R については、鉄鋼材料における様々な分野で強度と特性を向上させる組織として知られており、代表的な例に、変態誘起塑性 (Transformation Induced Plasticity: TRIP)¹⁰⁾ を利用したTRIP鋼がある。また、 γ_R が転動疲労に及ぼす影響についても、内部起点剥離寿命を低下させる¹¹⁾ もしくは直接関係しない¹²⁾ という報告がある一方で、向上させるという報告^{7,8,13-18)} が多数を占め、 γ_R の有用性が広く認識されつつある。内部起点剥離寿命を低下させるという報告¹¹⁾ では、 γ_R が寿命を低下させる具体的な要因に言及していないが、直接関係しないという報告¹²⁾ に関しては、後述のような非金属介在物への応力集中を緩和するという考えに基づき、近年の清浄度が高い材料では γ_R による寿命向上の効果が小さくなってきていると説明している。一方で、内部起点剥離寿命を向上させるという報告では様々なメカニズムが提案されている。Shikoら⁸⁾ は、転動疲労に伴うマルテンサイトの分解過程に先立って、 γ_R がマルテンサイトに加工誘起変態し、疲労の進行を遅延させることで寿命を向上させると推察している。同様に、Zhuら¹³⁾、Dommarcoら¹⁴⁾ もマルテンサイトの加工誘起変態について言及している。Shoji and Eguchi¹⁵⁾ は、軟質な γ_R の存在により転がり接触面の塑性変形が増大し、実質的な接触応力が低下することで寿命が向上する可能性について言及している。ただし、実験的にこの現象は否定されており、転動中に γ_R がマルテンサイトに変態することで寿命を向上させると説明している。Yajimaら¹⁶⁾ は、基本的にはマルテンサイトの性質が寿命に影響を及ぼすものの、 γ_R も補助的に寿命を向上させる効果があるとしており、き裂の伝播を遅延させることや、マルテンサイトの焼戻しの進行を停滞させることなどがメカニズムとして推察されている。また、Muroら¹⁷⁾ は、き裂発生起点となる非金属介在物の周囲に軟質の γ_R が存在することによって、非金属介在物への応力集中が緩和されることで寿命が向上すると説明している。内部起点剥離に及ぼす γ_R の影響については以上のような種々の報告がなされ、圧痕起点剥離に及ぼす影響とは異なり、統一的な見解が得られていない。また、 γ_R による寿命向上のメカニズムはいずれも推測であり、実験結果に基づく十分な説明が長年にわたりなされていないのが現状である。

本研究では、内部起点剥離に焦点を絞り、転動疲労に及ぼす γ_R の影響を明らかにするため、 γ_R 量を意図的に変えた試験片を作製し、転動疲労試験を行うことで、 γ_R 量と内部起点剥離寿命の関係を明らかにすることを目的とした。さらに、転動に伴う γ_R の挙動がマイクロ組織の変化に及ぼす影

響を明確にし、組織的観点から γ_R が内部起点剥離寿命に及ぼす効果を考察することを目的とした。

2. 実験方法

2.1 試料

γ_R が内部起点剥離寿命に及ぼす影響を調査するため、 γ 安定化元素であるNiの含有量が1.7 mass% (以降、%と略記) と多く、熱処理によって γ_R 量を容易に調整できるSAE4320 (0.2%C鋼) を用いた。化学成分をTable 1に示す。実機製造されたSAE4320の熱間圧延棒鋼 (直径26 mm) を切削加工し、以下に述べる熱処理を施した後、研削により直径20 mm、高さ36 mmの円柱形状に仕上げた。熱処理は浸炭、焼入れ、およびそれに続く焼戻しを基本としており、焼入れ後のサブゼロ処理の有無、およびサブゼロ処理温度を調整することにより、 γ_R 量を意図的に変えた試料を作製した。まず、上記の円柱形状の試料を、表層の炭素濃度が約1.1%になるように、960℃の浸炭雰囲気中に26 h保持することで浸炭した。次に、冷却された試料を820℃まで昇温し、70 min保持した後、80℃の油で焼入れを行った。焼戻しは180℃で2 h保持することで行った。このようなプロセスで作製した試料は、焼戻しマルテンサイトを基本組織としており、これ以外に γ_R とセメンタイトを含む複合組織となっている。 γ_R 量を低減させる試料は、焼入れと焼戻しの間に、-50℃、-80℃および-196℃で1 h保持するサブゼロ処理を行い、未変態オーステナイトをマルテンサイトに変態させた。このように γ_R の量を大きく変化させた試料を転動疲労試験に供した。なお、転動疲労に及ぼすマイクロ組織の影響を評価するために、内部起点剥離においてき裂発生起点となりうる非金属介在物の状態を同等とする目的で、全ての試料を同一チャージの材料から作製した。

2.2 転動疲労試験

転動疲労試験に用いた試験機の概略をFig.1に示す。本試験機は、3つの従動ロールに支持された2つのJIS-SUJ2製鋼球 (直径31.75 mm) に、試料 (直径20 mm、幅36 mm) を押し付けながら回転させる機構となっており、潤滑油は駆動ロールを伝って試料表面に供給される。試験条件をTable 2に示す。ヘルツの最大接触面圧が5.8 GPa、内部起点剥離寿命に影響を及ぼすと考えられる直交せん断応力が最大となる深さ (z_0) が0.24 mmとなるように試験荷重を設定した。各試料について8回の寿命試験を行い、寿命の短い順に並べ替え、メジアンランクを割り付けた標本寿命をワイブル回帰することで得られた推定母集団から、破損確率

Table 1. Chemical composition of steel used (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	O
0.20	0.19	0.55	0.018	0.006	0.10	1.70	0.53	0.21	0.0009

が10%となる寿命 (L_{10}) を算出した。

2・3 疲労組織解析

γ_R 量の違いが転動に伴うミクロ組織の変化に及ぼす影響を評価するため、転動疲労試験にて剥離が発生する前の所定の時間において試験を停止し、マルテンサイトのX線回折強度半価幅 (以降、半価幅)、残留応力、 γ_R 量、ミクロ組織および硬さの調査を行った。マルテンサイト半価幅、残留応力、 γ_R 量は、試料の転がり接触面に電解研磨を行った後、X線回折法 (XRD: X-Ray Diffraction) により、X線を転動方向に照射することで測定した。マルテンサイト半価幅は α (211) ピークから算出し、残留応力は、同様に得られた α (211) ピークから $\sin^2\psi$ 法により算出した。 γ_R 量は、 α (200)、 α (211)、 γ (200)、 γ (220) のピーク積分強度比から算出した。ミクロ組織は、試料を転がり方向と垂直方向に切断し、断面を鏡面研磨した後、ナイトール (95%メタノール-5%硝酸) を用いて腐食し、光学顕微鏡で観察した。硬さは、ミクロ組織を観察した断面において、ビッカース硬さ計を用いて、試験荷重300 gfにて測定した。

また、一部の試料については、転動方向と平行な断面を観察する試料を作製し、走査電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscope) によるミクロ組織観察を行った。断面観察試料は、コロイダルシリカを用いて鏡面研磨を行った後、ナイトールで腐食することで作製した。

さらに、透過電子顕微鏡 (TEM: Transmission Electron Microscope) を用いた詳細な組織解析を行った。TEM観察用薄膜は、転がり接触面から深さ z_0 の位置において、精密

切断機を用いて転動方向と平行な断面になるように採取した後、電解研磨法によって作製した。電解研磨はツインジェット電解研磨装置を用いて行い、電解液は、10%過塩素酸-10%メタノール-氷酢酸を使用した。

3. 実験結果

3・1 初期組織の γ_R 量と硬さ

Table 3に示すように、サブゼロ処理温度を変化させて作製した試料の γ_R 量は、サブゼロ処理未実施 (S_{39}) で39%、 -50°C のサブゼロ処理 (S_{21}) で21%、 -80°C のサブゼロ処理 (S_{12}) で12%、 -196°C のサブゼロ処理 (S_6) で6%であった。これ以外の組織は主に焼戻しマルテンサイトであり、わずかにセメンタイトを含む構成となっている。また、硬さは γ_R 量の増加に伴って低下しており、 γ_R が焼戻しマルテンサイトより軟質であることが示唆される。なお、Table 3の γ_R 量および硬さは、深さ z_0 位置である表面から0.24 mm深さの測定値で整理している。

3・2 転動疲労試験

得られた転動疲労試験結果のワイブル・プロットをFig.2に示す。試料に生じた剥離はすべて、外観から内部起点剥離と判断した。各試料の L_{10} 寿命はそれぞれ、 S_6 が 1.9×10^6 回、 S_{12} が 13.8×10^6 回、 S_{21} が 33.3×10^6 回、 S_{39} が 120.0×10^6 回であり、 γ_R 量の増加とともに向上する。

得られた L_{10} 寿命を、深さ z_0 位置における初期の γ_R 量で整理した結果をFig.3に示す。この結果からもわかるよう

Table 2. Rolling contact fatigue test conditions.

Contact condition	Hertzian maximum pressure	5.8 GPa
	Maximum orthogonal shear stress (depth z_0)	1.4 GPa (0.24 mm)
Loading speed		285 Hz
Lubricant		Mineral oil (ISO-VG100)
Operating temperature		$60 \pm 5^\circ\text{C}$

Fig. 1. Schematic drawing of radial type rolling contact fatigue test machine.

Table 3. Specimens description with different volume fraction of γ_R .

Specimen	Properties at z_0	
	Volume fraction of γ_R	Vickers Hardness
S_{39}	39%	747 HV
S_{21}	21%	809 HV
S_{12}	12%	848 HV
S_6	6%	866 HV

Fig. 2. Sub-surface spalling life.

に、初期の γ_R 量が多い試料は長寿命になっている。すなわち、転動疲労試験前の γ_R 量の違いに起因したミクロ組織構成が転動疲労寿命に影響を及ぼしていると考えられるため、以下に述べる調査を行い、影響因子の解明を試みた。

3・3 転動疲労に伴うマルテンサイト半価幅の変化

一般的に、XRDで得られる半価幅 (Full Width at Half Maximum : FWHM) は転位密度と関係し、応力繰返し数の増加とともに大きくなることが知られる¹⁹⁾。一方で、焼入れした鋼の転動疲労過程においては、炭素を過飽和に固溶したマルテンサイトから炭化物が析出するため、マルテンサイトのもつ高い転位密度が次第に減少し、マルテンサイト半価幅が小さくなることが報告されている^{16,20,21)}。この現象を利用することで、転動疲労における疲労度解析のパラメータとしてマルテンサイト半価幅がよく用いられている²²⁻²⁸⁾。本研究においても、ミクロ組織構成の違いが内部起点剥離寿命に及ぼす影響について疲労度の観点から考察するため、半価幅の測定を試みた。

代表として、 S_{39} について評価した結果をFig.4に示す。 S_6 の L_{10} 寿命に近い応力繰返し数 3.7×10^6 回の転動疲労後 (after RCF) のマルテンサイト半価幅について、転がり接触面直下から内部に向かって分布を測定し、転動疲労前

Fig. 3. Relationship between volume fraction of γ_R and L_{10} life.

Fig. 4. Change in $\alpha(211)$ full width at half maximum with depth from surface of S_{39} due to RCF ($N=3.7 \times 10^6$).

(before RCF) の結果とあわせて示した。なお、特に断りがない限り、以降の転動疲労後の組織解析も、同様に 3.7×10^6 回のものを用いて実施した。マルテンサイト半価幅は、転動に伴い深さ z_0 近傍で減少しており、マルテンサイトの疲労が進行していることを示している。同様にその他の試料について測定を行い、深さ z_0 位置のマルテンサイト半価幅で整理した結果をFig.5に示す。転動疲労前は、サブゼロ処理温度の違いによってマルテンサイトの体積分率は異なるが、いずれの試料も同等のマルテンサイト半価幅を示している。また、転動疲労後においては、すべての試料でマルテンサイト半価幅が2.5 deg程度減少しており、試料による明確な差異がないことがわかる。以上のように、 γ_R 量の増加によって内部起点剥離寿命が向上する要因を、マルテンサイト半価幅で評価した疲労度から説明を試みたが、疲労度では説明できないことが明らかとなった。

なお、転動疲労に伴い、 γ_R も何らかの組織変化をすると予想されるが、特に γ_R が少ない試料においては、 γ_R のX線回折強度が小さく、その半価幅を厳密に測定することができないため、 γ_R の半価幅は評価していない。過去の疲労度解析の事例^{16,20-28)}においても、 γ_R 量が通常10%以下と少ないSUJ2の焼入れ焼戻し組織を対象とした研究が主であるため、半価幅の観点から γ_R の疲労度を解析した例はない。

3・4 転動疲労に伴う残留応力の変化

各試料について測定した転動疲労前と転動疲労後の残留応力をFig.6に示す。Fig.6 (a) より、転動疲労前は、試料によらず同等の圧縮残留応力が付与されていることがわかる。転動疲労後においては、Fig.6 (b) に示すように、ある一定の深さを中心に、塑性変形に起因する圧縮残留応力が付与される。圧縮残留応力が最大になる深さは直交せん断応力が最大となる深さ z_0 よりも深い位置に存在しているが、これは主せん断応力が最大になる深さに対応するといわれている^{27,28)}。Fig.6 (b) から明らかなように、転動疲労後の残留応力分布は、圧縮残留応力の最大値および最大に

Fig. 5. Relationship between initial volume fraction of γ_R and Change in $\alpha(211)$ full width at half maximum at z_0 ($N=3.7 \times 10^6$).

なる深さにおいて、試料による若干の差が現れている。しかし、残留応力分布の差異と得られた内部起点剥離寿命との間には明確な相関がない。また、焼入れした高強度鋼においては、残留応力の測定値に100 MPa程度の誤差があると考えられているため²⁹⁾、今回の結果は優位な差を示す結果ではないと推測される。

3・5 転動疲労に伴うミクロ組織の変化

各試料について、光学顕微鏡で観察した転動疲労後のミクロ組織をFig.7に示す。転がり方向は紙面に垂直方向である。代表としてFig.7 (a) に破線で示すように、転がり

接触面直下の深さ z_0 位置を中心に、従来から報告されている、ナイトールで腐食されやすい黒色組織 (Dark Etching Area : DEA)⁸⁾ が確認できる。DEAは、転動疲労の進行に伴い、マルテンサイトが局部的に塑性変形することで発生することが知られる。しかし、Fig.7の光学顕微鏡による観察結果では、すべての試料において応力繰返し数 3.7×10^6 回の時点で既にDEAが発生しており、その発生領域はほぼ同等で明確な差が認められない。したがって、試料によってマルテンサイトの疲労の進行に明確な差がないことが示唆される。 S_6 の L_{10} 寿命は 1.9×10^6 回であるため、Fig.7

Fig. 6. Residual stress depth distribution (a) before RCF and (b) after RCF ($N=3.7 \times 10^6$).

Fig. 7. Optical micrographs showing dark etching areas (DEA) under the track due to RCF ($N=3.7 \times 10^6$) of (a) S_{39} , (b) S_{21} , (c) S_{12} and (d) S_6 . The area enclosed by white dotted line in (a) stands for DEA.

のDEAが発生する前、もしくは発生して間もなく剥離が生じたと考えられる。一方、 L_{10} 寿命が 120.0×10^6 回である S_{39} は、DEAが発生してからも、おおよそ30倍以上の応力負荷を繰り返しても剥離せずに転動している。すなわち、転動疲労の進行に対応した、光学顕微鏡で確認できるDEAの発生と内部起点剥離寿命に相関がないことがわかる。

3・6 転動疲労に伴う硬さおよび γ_R 量の変化

各試料について、転動疲労後の硬さおよび γ_R 量を測定し、転動疲労前からの変化を整理した。Fig.8に、代表として、 S_{39} と S_6 の転がり接触面直下から内部に向かう硬さと

γ_R 量の変化を示す。硬さおよび γ_R 量は、試料によって変化の大きさは異なるが、深さ z_0 近傍において最も大きく変化していることがわかる。この現象は、図示しないものの、 S_{21} と S_{12} においても確認された。すなわち、 γ_R は減少し、硬さは上昇した。Fig.9に、各試料の深さ z_0 位置の測定で得られた、転動疲労による γ_R 量の変化($\Delta\gamma_R$)と硬さの変化(ΔHV)の関係を示す。本結果から、 γ_R の減少が大きいほど硬さの上昇が大きく、過去に報告されている結果^{8,15)}と同様の傾向を示した。これは、 γ_R が転動中にマルテンサイトに加工誘起変態した結果と理解される。Fig.10に、各試料

Fig. 8. Change in Vickers hardness of (a) S_{39} and (b) S_6 , and γ_R volume fraction of (c) S_{39} and (d) S_6 due to RCF as a function of depth from surface ($N=3.7 \times 10^6$).

Fig. 9. Relationship between change in volume fraction of γ_R ($\Delta\gamma_R$) and Vickers hardness (ΔHV) before and after RCF at z_0 ($N=3.7 \times 10^6$).

Fig. 10. Relationship between volume fraction of γ_R and Vickers hardness before and after RCF at z_0 ($N=3.7 \times 10^6$).

の転動疲労前後の深さ z_0 位置の硬さと γ_R 量の関係を示す。転動疲労前は、試料により異なる γ_R 量と、それに応じた異なる硬さを有していた。しかし、転動疲労後にはおおよそ同等の硬さ(882~891 HV)と γ_R 量(1~7%)に変化したことがわかる。このように、 S_6 の L_{10} 寿命相当である応力繰返し数 3.7×10^6 回において、硬さおよび γ_R 量がおおよそ同等であるにも関わらず、初期の γ_R 量が多い試料ほど、その後の内部起点剥離に至るまでの応力繰返し数が増すことが明らかとなった。この実験結果は、光学顕微鏡では確認できなかった応力繰返し数 3.7×10^6 回までのマイクロ組織の変化挙動の違いが、その後の寿命に影響を及ぼしている可能性を示唆する。すなわち、転動疲労前の γ_R 量が多いほど、応力繰返し数 3.7×10^6 回までの γ_R 量の減少および硬さの上昇が大きく、 γ_R の加工誘起変態を通じてマルテンサイトが新たに生成することで、疲労強度を向上させたと推定される。

4. 考察

4・1 γ_R がDEAの微視構造に及ぼす影響

転動に伴う γ_R の加工誘起マルテンサイト変態が、転動疲

労寿命を向上させる可能性があることを述べたが、これを明らかにするために、SEMによる詳細なマイクロ組織観察を行った。観察は、 γ_R 量が最も大きく異なる S_{39} と S_6 について行い、それぞれ転動疲労前および転動疲労後の深さ z_0 位置における微視組織を比較した。断面観察試料は、転動方向に対して平行方向に切り出して作製した。観察結果をFig.11に示す。転動疲労前の S_6 のマイクロ組織(Fig.11 (a))は、主として焼戻しマルテンサイトから構成されており、図中に代表して示すように、他にわずかに球状セメンタイト(globular cementite)が存在している。XRDにより6%程度の γ_R の存在が確認されたが、ここでは明瞭に確認されなかった。一方、転動疲労前の S_{39} のマイクロ組織(Fig.11 (b))は、 S_6 に見られた焼戻しマルテンサイトと球状セメンタイト以外に、平坦な組織(flat structure)が確認された。この平坦組織は、図中に代表して示す橙色線で囲んだ領域以外にも全体にわたって存在が確認でき、 S_6 との組織構成の違いから γ_R に対応していると判断できる。

転動疲労前後のマイクロ組織を比較することにより、次のような微視組織変化の様子が確認できる。まず、転動疲労後の S_6 のマイクロ組織(Fig.11 (c))においては、全体にわたって縞状の組織が形成されていることがわかる。この縞

Fig. 11. SEM images showing microstructure at z_0 of (a) S_6 before RCF, (b) S_{39} before RCF, (c) S_6 after RCF and (d) S_{39} after RCF ($N=3.7 \times 10^6$). (Online version in color.)

状組織は、ナイターで腐食したときに顕在化する組織であり、その様相から Šmejlova ら³⁰⁾によって報告されている elongated grain であると考えられる。この elongated grain は転動疲労後の S_{39} のマイクロ組織 (Fig.11 (d)) にも確認されるが、部分的に顕在化しているのみであり、 S_0 と発生状況が異なる。さらに、elongated grain が顕在化していない領域に着目すると、主に転動疲労前に存在した平坦組織に類似した組織が存在することがわかる。Elongated grain の形態に関する研究は十分に進んでいないものの、転動疲労中の炭化物の析出によるマルテンサイトの軟化^{8,31,32)} も一つの要因となって、転動に伴うせん断変形により形成された縞状の組織と推察される。 S_{39} の転動疲労前の平坦組織に対応する γ_R は、転動に伴いフレッシュなマルテンサイトに加工誘起変態することで、Fig.8 (c) に示したように γ_R 量は 7% 程度となり、かなりの部分がマルテンサイトとなる。このようなフレッシュなマルテンサイトは Fig.8 (a) に示したように著しく硬さを上昇させるため、せん断変形に対する抵抗が高く、焼戻しマルテンサイトの領域において優先的にせん断変形が生じたと考えられる。以上の検討から、初期に γ_R として存在した平坦組織は、転動に伴ってせん断変形に対する抵抗が高いマルテンサイトに加工誘起変態し、これが焼戻しマルテンサイト中に分散することにより組織全体として塑性変形が抑制され、長寿命になったと推察した。一方で、フェライトとマルテンサイトから成る二相 (Dual Phase : DP) 鋼が疲労特性に優れる機構³³⁾、すなわち硬質のマルテンサイトの存在によるき裂進展の停滞・迂回効果と類似した現象が、初期に γ_R を多量に含み、転動中に硬質なフレッシュマルテンサイトに変態する材料においても発現している可能性が考えられる。本研究における γ_R による疲労特性向上機構の詳細は、今後の検討課題とした。ここで、転動疲労前に存在した平坦組織は、転動疲労後には次のいずれかの状態になっていると予想する。すなわち、①転動疲労後も γ_R として残存する、②加工誘起変態によってフレッシュなマルテンサイトに変化する、もしくは③これらの混合組織である。しかしながら、SEM ではこれらを断定することができないため、次節で TEM による組織解析を行った結果について述べる。なお、SEM-EBSD による組織解析結果は、 γ_R による疲労特性向上機構とあわせて、次報以降で述べる。

4・2 γ_R を起源とする DEA 中の平坦組織の TEM による解析

転動疲労後に存在する γ_R を起源とした平坦組織の構造を明らかにするため、 S_{39} の転動疲労後について TEM による組織観察を行った。TEM 観察用薄膜は、深さ z_0 位置の転動方向と平行な面で、電解研磨により作製した。観察結果を Fig.12 に示す。SEM 観察によって得られた組織と同様に、elongated grain に対応すると思われる縞状組織と数 μm 程度の大きさの平坦組織が観察された。まず、縞状組織の構造を解析するため、Fig.13 に示すように縞状組織のみを

高倍率で観察し、制限視野で電子線回折を行った。回折領域は、Fig.13 (a) に示す直径 150 nm (X) と直径 500 nm (Y) の 2 水準で実施した。その結果、Fig.13 (b) (c) に示すように、(X) の解析範囲では bcc 構造を示していることがわかった。さらに、Fig.13 (d) に示すように、(Y) の範囲で解析を行うと、回折スポットが同心円状に広がっており、超微細に多結晶化した bcc 構造であることがわかった。ここで、(X) の解析範囲が示すように、縞状組織は bcc 構造を有する微細組織であることから、焼戻しマルテンサイトであると推察される。焼戻しマルテンサイトの転動疲労後の組織を詳細に TEM 観察した結果については、既に報告された例がある^{8,31)}。Shiko ら⁸⁾ は、転動中にマルテンサイトの焼戻しに類似した現象が進行しており、微細炭化物の析出を伴うことを明らかにしている。しかしながら、同時に確認される白い針状の相は、当時の TEM の分解能に限界があり、結晶構造が同定されていない。Sugino ら³¹⁾ は、転動中に ϵ 炭化物の析出を伴いながら、マルテンサイトが rod 状もしくは polygon 状の微細粒に変化していると述べており、初期の焼戻しマルテンサイトよりも硬さが低下していることから、この粒はフェライトであると推測している。最近になって、Fu ら³²⁾ によるアトムプローブを使用した元素濃度分析により、転動疲労後の組織を解析した結果が報告されている。これによると、転動疲労後の組織は、炭化物の分解と成長が生じることで、転動疲労前の焼戻しマルテンサイトよりも炭素固溶量が低下していると報告している。今回の結果においても、(Y) の回折パターンにおいて矢印で示すスポットの暗視野像が示すように (Fig.13 (d), (e))、微細な炭化物の析出が確認されており、同様の現象が生じている可能性がある。しかしながら、本研究におけ

Fig. 12. TEM image showing microstructure in DEA of S_{39} after RCF ($N=3.7 \times 10^6$). (Online version in color.)

Fig. 13. (a) TEM bright field image of elongated grains (high magnification of Fig.12) in DEA of S_{39} after RCF ($N=3.7 \times 10^6$), (b) selected area diffraction pattern (SADP) of region (X), (c) indexed diffraction patterns of (b), (d) SADP of region (Y) and (e) dark field image produced from diffraction spot indicated by arrow in (d). (Online version in color.)

Fig. 14. (a) TEM bright field image of flat structure (high magnification of Fig.12) in DEA of S_{39} after RCF ($N=3.7 \times 10^6$), (b) SADP, (c), (d) indexed diffraction patterns of (b) indicating α phase and γ phase, respectively. (Online version in color.)

る転動中の炭素の挙動を明確にするには、別途TEMやアトムプローブによる詳細な検討を行う必要がある。

次に、転動疲労後の平坦組織部を高倍率で観察した結果をFig.14に示す。Fig.14 (a) に示す直径500 nmの制限視野で電子線回折を行った結果 (Fig.14 (b) (c) (d)), 転動疲労後の平坦組織は、 γ_R に対応するfcc構造とbcc構造の混合組織であることがわかった。さらに、Fig.13に示した縞状組織においては塑性変形を受けて多結晶化していることが確認されたが、平坦組織においてはbcc構造の2重回折が見られるものの多結晶化しておらず、縞状組織と比較して大きな塑性変形を受けていない組織であることが示唆される。

以上の結果から、本研究で、従来研究^{8,13-15)}で示唆されてきた転動中における γ_R の加工誘起変態を、直接的な組織観察によって実証したといえる。すなわち、これまではFig.9に示したような γ_R の減少と硬さの上昇の対応関係から、転動中の加工誘起変態を予測するものが主であったが、転動疲労後の γ_R 粒をSEMとTEMを用いて詳細に解析することにより、 γ_R 中に微細に分散する、加工誘起変態によって生成したマルテンサイトの存在を明確にした。このように転動中に生成したフレッシュなマルテンサイトが組織中に分散することにより、組織全体の塑性変形を抑制し、長寿命化したと推察する。 γ_R の加工誘起変態が担う役割は、さらにEBSDやアトムプローブを用いて転動中の組織変化を詳細に解析し、別報で議論したい。

5. 結論

SAE4320鋼を用いて、熱処理により γ_R 量を大幅に変化させた試料を作製し、転動疲労試験に供した。 γ_R が内部起点剥離寿命に及ぼす影響について検討を行い、以下の結論を得た。

- (1) 初期の γ_R 量が多いほど、内部起点剥離寿命が向上する。
- (2) 転動に伴い、直交せん断応力が最大になる深さ z_0 を中心に γ_R が減少し、硬さが上昇する。同一の繰り返し数(3.7×10^6 回)の転動後における γ_R 量と硬さは、寿命特性に関わらずおおそ同等であったことから、これらの変化挙動が寿命特性に影響を及ぼすと推測した。
- (3) 焼戻しマルテンサイトは、転動に伴う塑性変形により縞状組織となり微細多結晶化する。一方で、 γ_R はマルテンサイトに加工誘起変態した後も平坦組織を維持し、微細多結晶化は確認されない。転動に伴う塑性変形は、焼戻しマルテンサイトで優先的に生じると考えられる。
- (4) 加工誘起変態によって生成したフレッシュな硬質マルテンサイトが組織中に分散することで、内部起点剥離寿命を向上させると推察した。

なお、本論文では転動疲労中の組織変化に焦点を当てて研究を行った成果をまとめた。組織変化とき裂の発生・伝播挙動との関係については詳細な実験および考察ができておらず、今後の課題としたい。

文 献

- 1) K.Toda, T.Mikami and T.Hoshino: *J. Jpn. Inst. Met.*, **58**(1994), 1473 (in Japanese).
- 2) Y.Murakami, N.Mitamura and K.Furumura: *NSK Tech. J.*, **652**(1992), 9.
- 3) K.Hiraoka, T.Katsura, H.Yamagata and T.Koike: *Sanyo Tech. Rep.*, **9**(2002), 35 (in Japanese).
- 4) K.Kanetani, T.Mikami and T.Sada: *JTEKT Eng. J.*, **1016**(2018), 22 (in Japanese).
- 5) For example, A.Korenaga: *J. Jpn. Soc. Tribol.*, **46**(2001), 680 (in Japanese).
- 6) K.Maeda: *Mach. Des.*, **39**(1995), 48.
- 7) N.Tsushima: *Bull. Jpn. Inst. Met.*, **23**(1984), 50 (in Japanese).
- 8) S.Shiko, K.Okamoto and S.Watanabe: *Tetsu-to-Hagané*, **54**(1968), 1353 (in Japanese).
- 9) T.Hoshino, K.Amano, Y.Yamamoto, A.Ohta and M.Gotoh: *Materia Jpn.*, **37**(1998), 516 (in Japanese).
- 10) For example, I.Tamura: *Tetsu-to-Hagané*, **56**(1970), 429 (in Japanese).
- 11) D.Scott and J.Brackwell: *Wear*, **18**(1971), 19.
- 12) N.Tsushima and K.Maeda: *Netsu Shori*, **32**(1992), 43 (in Japanese).
- 13) D.Zhu, F.Wang, Q.Cai, M.Zheng and Y.Cheng: *Wear*, **105**(1985), 223.
- 14) R.C.Dommarco, K.J.Kozaczek, P.C.Bastias, G.T.Hahn and C.A.Rubin: *Wear*, **257**(2004), 1081.
- 15) S.Shoji and T.Eguchi: *Tetsu-to-Hagané*, **73**(1987), S464 (in Japanese).
- 16) E.Yajima, T.Miyazaki, T.Sugiyama and H.Terajima: *J. Jpn. Inst. Met.*, **36**(1972), 711 (in Japanese).
- 17) H.Muro, Y.Sadaoka, S.Ito and N.Tsushima: Proc. 12th Japan Congress on Materials Research-Metallic Materials, The Society of Materials Science, Japan, Kyoto, (1969), 74.
- 18) T.Yamamoto: *Bull. Jpn. Inst. Met.*, **11**(1972), 419 (in Japanese).
- 19) S.Taira and K.Honda: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **26**(1960), 926 (in Japanese).
- 20) M.Hishiki, T.Hori, H.Kohno, H.Kawabe and M.Uemura: *J. Jpn. Soc. Precis. Eng.*, **44**(1978), 1321 (in Japanese).
- 21) M.Kurita and I.Ihara: *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, **34**(1985), 91 (in Japanese).
- 22) K.Furumura, S.Shirota and A.Fujii: *NSK Bearing J.*, **643**(1983), 1.
- 23) K.Furumura, S.Shirota and A.Fujii: *NSK Bearing J.*, **644**(1984), 1.
- 24) T.Hirota and K.Shimizu: *Fujikoshi Giho*, **43**(1987), 43 (in Japanese).
- 25) N.Tsushima, H.Yamada and K.Maeda: *ASLE Trans.*, **30**(1987), 465.
- 26) N.Oguma: *Koyo Eng. J.*, **161**(2002), 26 (in Japanese).
- 27) T.Fujita, N.Kamura and T.Sasaki: *J. Jpn. Soc. Des. Eng.*, **52**(2017), 144 (in Japanese).
- 28) T.Fujita, N.Kamura and T.Sasaki: *Mach. Des.*, **62**(2018), 39.
- 29) H.Muro: *J. Jpn. Soc. Tribol.*, **39**(1994), 668 (in Japanese).
- 30) V.Šmejlova, A.Schwedt, L.Wang, W.Holweger and J.Mayer: *Int. J. Fatigue*, **98**(2017), 142.
- 31) K.Sugino, K.Miyamoto, M.Nagumo and K.Aoki: *Tetsu-to-Hagané*, **55**(1969), S200 (in Japanese).
- 32) H.Fu, W.Song, E.Galind-Nava and P.E.J.Rivera-Díaz-del-Castillo: *Acta Mater.*, **139**(2017), 163.
- 33) M.Mizui and M.Takahashi: Proc. Mechanical Working and Steel Processing (MWSP) Conference, ISS, Warrendale, PA, (1992), 31.