

窒化した圧延鋼の疲労特性と転位組織*

兼 城 英 夫^{*1}, 我 那 覇 廉^{*2}
真 喜 志 隆^{*1}, 真 壁 朝 敏^{*1}

Fatigue Properties and Dislocation Structures of Nitrided Rolled Steel

Hideo KANESHIRO^{*3}, Ren GANAHA, Takashi MAKISHI and Chobin MAKABE^{*} University of the Ryukyus, Dept of Mechanical Systems Engineering,
Senbaru 1, Nishihara, Okinawa, 903 0213 Japan

Fatigue properties of the nitrided rolled steel are investigated on the basis of the observations of the substructures produced by nitriding and fatigue. It is found that the fatigue limit of the nitrided rolled specimens is much higher than that of the nitrided annealed ones and the substructures before the nitriding are effective for the improvement of the fatigue strength. The substructure of the rolled steel consists of cells with dislocation clusters within them. By means of nitriding treatment, cell structures and twins appear in the inner part of the compound layer, while uniformly distributed dislocation clusters in the region just below the compound layer and the inner part of the diffusion layer. After fatigue test, most of these substructures are preserved except for the region just below the compound layer where the cell structures due to active dislocation motions were formed.

Key Words: Fatigue, Dislocation, Rolled Steel, Nitriding, Cell Structure

1. 緒 言

一般に、金属材料に窒化処理を行うと耐摩耗性や耐食性が向上するとともに耐疲労性も向上する。そのため、近年、窒化処理した金属材料の疲労特性について多くの研究が行われ、その結果、多くの金属材料では疲労強度が向上するが、純チタンでは、逆に、疲労強度の低下が起こること、また、窒化材では疲労破壊機構が通常の金属材料とかなり異なることなどがわかってきた⁽¹⁾⁻⁽⁶⁾。しかしながら、これまでの研究は、試験片の表面や破面の観察に立脚して行われたものが多く、疲労過程で形成される下部組織の観点から窒化材の疲労特性を検討したものは少ないようである。著者らは、前報⁽¹⁰⁾で、窒化処理した一般構造用圧延鋼SS 400の疲労破壊機構について、主として転位組織の立場から研究を行った。

金属材料に窒化処理を行う場合、ひずみ除去の熱処理を行った後窒化処理する場合と熱処理をせず内部組織を有したまま窒化処理を行う場合がある。後者の場

合、既存の下部組織が窒化処理過程でどのように変化し、また、変化した下部組織が疲労によりどのように再配列するのか興味を持たれる。以上の観点から、本報では、窒化処理した圧延材の疲労前後の下部組織の観察を行い、その結果を焼なまし後に窒化処理した前報の結果と比較することにより、窒化材の疲労特性に及ぼす下部組織の影響を検討した。

2. 使用材料および実験方法

使用した材料は市販の一般構造用圧延鋼SS 400で、圧延方向と試験片の軸方向が一致するように、図1に示す形状・寸法の試験片に機械加工した。このような試験片の表面層には、圧延過程で生じた下部組織と試験片加工時に発生した下部組織が混在している。機械加工層厚さは、素材を900°Cで1時間のひずみ除去の焼なましを行って得られた試験片の縦断面における硬さ分布と所要の深さにおける下部組織を観察して決定された。その結果、機械加工層厚さは約50 μmであることがわかったが、本研究では、なお十分な余裕を取り電解研磨で約70 μmの表面層を除去したもの(以下圧延材と称す)を実験に供した。これに対してひずみ除去の熱処理を行った前報の試験片を以下焼なまし材と記す。窒化材は、これらの試験片を570°Cの

* 原稿受付 2000年4月17日。

^{*1} 正員、琉球大学工学部(〒903-0213 沖縄県中頭郡西原町字千原1)。

^{*2} 琉球大学大学院。

E-mail: kaneshiro@tec.u-ryukyu.ac.jp

LiCNOの塩浴中に1時間浸漬した後油冷して作製したもので、便宜上それぞれ窒化圧延材、窒化焼なまし材と称する。表1および表2にSS 400圧延材の化学成分と機械的性質を示す。

疲労試験は島津UF 15形万能試験機を用いて両振り平面曲げ応力下で行った。下部組織観察用の薄膜試料は、まず、放電加工機で試験片平行部から表面に平行な $6 \times 4 \times 0.3 \text{ mm}^3$ の薄板を切断した後、切断側からエメリー紙で約0.12 mmの厚さに仕上げ、これにジェット式電解研磨法を適用して作製した。ジェット式電解研磨は、最初、試験片表面側から所定の深さに

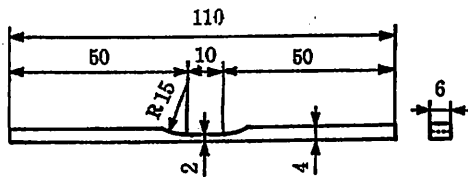


Fig. 1 Shape and dimensions of test specimen [mm]

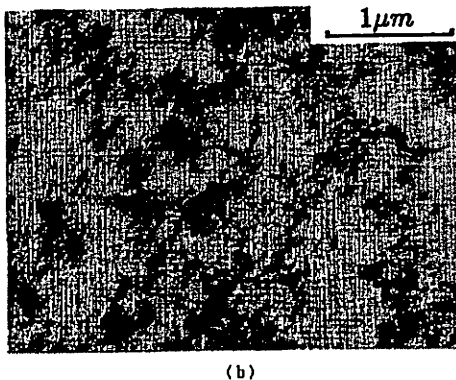
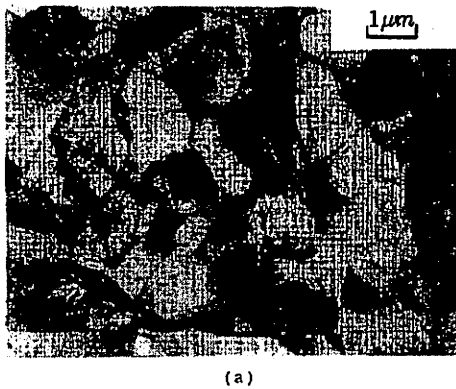


Fig. 2 Substructures of as rolled commercial SS 400 steel

相当する時間研磨を行い、次に反対側(試験片内側)から微小孔があくまで研磨を行った。このような微小孔周りの下部組織を透過形電子顕微鏡(TEM)を用いて160 kVの加速電圧下で観察した。

3. 実験結果および考察

3・1 圧延材の下部組織 本実験で使用した市販の一般構造用圧延鋼SS 400の下部組織を図2(a), (b)に示す。図2(a)より、使用した圧延材の下部組織は、前報⁽¹⁰⁾の疲労で形成された焼なまし材のセル組織や粟谷ら⁽¹¹⁾のき裂先端近傍のセル組織とよく似た明りょうなセル組織を呈していること、セルの大きさは0.5~3 μm程度であること、また(b)はセル内部の転位組織を拡大したもので、このようにセル内部には絡み合った転位が多く観察され、またそれらは互いに連結を始めていて、セルの細分化の過程にあるのではないと思われる。

比較のため、図3に前報の焼なまし材の転位組織を示す。一般に、十分に焼なまされた結晶中にも $10^8 \sim 10^9/\text{cm}^2$ の転位が存在すると言われている⁽¹²⁾。図3では、図2のセル組織は完全に消滅しているが、ところどころに転位のかげら(fragment)³が残存しているのが見られる。

Table 1 Chemical compositions [wt.%]

C	Si	Mn	P	S
0.17	0.03	0.88	0.014	0.013

Table 2 Mechanical properties

Upper yield point (MPa)	Lower yield point (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)
319	306	405	66

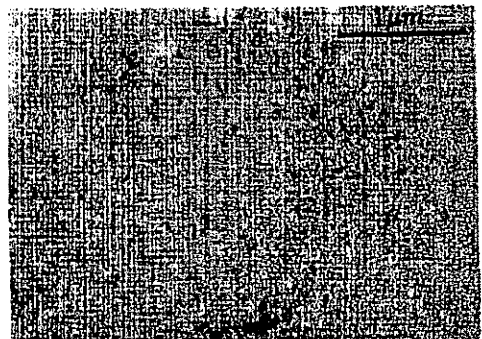


Fig. 3 Substructure of annealed SS 400 steel

3・2 組織および S-N 曲線 窒化圧延材の縦断面における光学顕微鏡組織を図4に示す。よく知られているように、窒化圧延材でも表面に接して厚さ10~15 μm の化合物層が、またその下部には拡散層が表面から約400 μm の深さまで発達していた。

図5は圧延材と窒化圧延材の S-N 曲線で、比較のため前報の焼なまし材と窒化焼なまし材の結果も記載した。図5より、圧延材の疲労強度は焼なまし材の疲労強度とほぼ一致し、疲労限度は約250 MPaとなった。上村ら⁽¹³⁾は、厚さ125 μm の薄板を100 μm に冷間圧延した低炭素鋼の疲労強度を転位組織の観察を通して研究を行い、その結果、圧延材の疲労寿命が焼なまし材の寿命より伸びるのは、寿命が10万回程度の比較的高い応力振幅領域では圧延材中の転位組織によって繰返し応力による転位の可動性が妨げられるためであり、また寿命が数百万回の低い応力振幅領域では疲労き裂の発生に重要な役割を果たすと考えられる pore が圧延材中の刃状転位により吸収されるためだと報告している。上村らの圧延材中の下部組織は、亜境界が幅広くぼやけた不明確なセル組織で、図2のような亜境界が細く明りょうなセル組織にはなっていない。確かなことはわからないが、このような下部組織の微妙な違いや圧延材を作るときに圧延方法や圧下率の違いにより、本報と上村らの圧延材の疲労強度に差異が生じているのではないかと思われる。

また、図5より、焼なまし材も圧延材も窒化処理するとその疲労強度は著しく改善されるが、圧延材のほうが焼なまし材よりも窒化効果が大きく、疲労限度は窒化圧延材が窒化焼なまし材よりも約125 MPa高い値を示しており、下部組織が窒化材の疲労強度の向上に寄与していることがわかる。窒化による疲労強度の上昇については圧縮残留応力や硬さの上昇、また固溶した窒素によるすべりの阻止等の要因が考えられている。寺沢ら⁽¹⁴⁾は、特に、残留応力の影響について詳細



Fig. 4 Microstructure of nitrided rolled steel

な研究を行い、その結果、疲労限度上昇に占める残留応力結果は約30%で、その他の因子の寄与が大きいと報告している。本研究は、主として、下部組織の観察を通して窒化材の疲労特性に及ぼす下部組織の影響を検討したもので、以下これについて述べる。

なお、図中の破線は、下部組織観察に採用した応力振幅($\sigma=620$ MPa, 750 MPa)と疲労試験を中断した繰返し数(8×10^4 サイクル)を示す。

3・3 窒化圧延材の下部組織 窒化処理過程では熱処理と窒素原子の固溶や窒化鉄の析出とが同時に進行する。3・3節では、図2で示した圧延材の下部組織が窒化処理過程でどのように変化し、またそれらが疲労によりどのように再編するのかが調べた。下部組織の観察は化合物層内側(深さ約9 μm)、化合物層直下(深さ約18 μm)、拡散層内部(深さ約40 μm)の位置において表面に平行な薄膜試料を作製し、その下部組織を観察した。

3・3・1 疲労前の窒化圧延材の下部組織 窒化処理された圧延材の疲労前の下部組織を図6~8に示す。喜多ら⁽¹²⁾のX線回折によれば、化合物層の最外層は稠密六方晶の ϵ 相(Fe₂-3 N)で、内側は面心立方晶の γ' 相(Fe₄ N)になっている。本研究では、最外層の下部組織の観察も試みたが、試料表面側からのジェット研磨時間が短いことによりTEM観察に適した平滑な薄膜が得られなかったため、本報では、比較的研磨時間が長く良質の薄膜の得られた化合物層内側の下部組織のみを観察した。図6はそのような化合物層内側の下部組織で、(a)より図2で示した圧延材中のセル組織は窒化後も化合物層内側ではそのまま保存されるが、電子線回折より、面間隔の比はいくぶんずれているが、結晶構造は面心立方晶に近い値を示した。また、

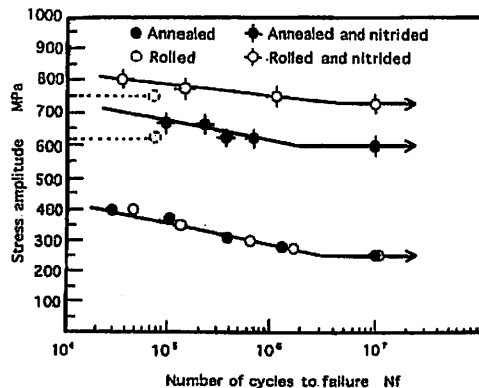


Fig. 5 S-N curves of test specimens

図6(b)より、セル内にはところどころ細長い矩形の双晶の形成が見られた。

双晶には、塑性変形に際して現れる変形双晶と加工後の焼なましでできる焼なまし双晶があり、体心立方品のFeでは、低温で高速変形させた場合に変形双晶が現れるが、純銅や70/30黄銅等の面心立方品金属にできる焼なまし双晶は現れないと言われている¹¹⁾。上記の喜多らは、破断面上で化合物層の内側のみ双晶を観察し、化合物層内側が面心立方品の γ 相である根拠の一つとしてあげている。図6(b)は、窒化処理で現れたいわゆる焼なまし双晶であり、化合物層内側が下部組織的にも面心立方品の γ 相を呈することが確認された。

次に、前報において、疲労き裂は化合物層直下の拡散層中の活性な結晶粒から発生することが観察されたので、本報でも、化合物層直下の下部組織を詳細に観察した。この領域は、以下に示すように、二つの形態の下部組織から構成されていた。その一つが図7に示

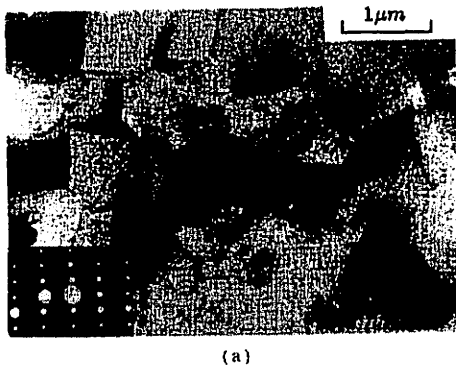
す双晶を伴うセル組織で、図6(b)と同様の γ 相からなる領域であった。もう一つの領域の下部組織を図8(a)~(c)に示す。この領域では、図8(a)のようにセルの一部は残存しているものの(b)に見られるようにセルの大部分は窒化処理に伴う熱処理により消滅していた。このようなセル消滅領域には図8(c)に示すようなほぼ一様分布した転位 cluster が観察された。これは、セル壁を構成していた転位やセル内の転位が窒化処理により再配列してできたものと思われる。この領域は、電子線回折より、またセル内に双晶が見られないことから、マトリックスの α 相からなる領域であることがわかった。

次に、図9に深さ約40 μm の薄膜試料中に観察された下部組織を示す。この領域では、図7において見られた双晶を伴うセル組織は全く観察されず、局部的にまだセルが見られるものの結晶粒中のセルはほとんど消滅していた。図9はこのようなセル消滅領域の下部組織で、化合物層直下の図8(c)の組織と変わらずほぼ一様分布した転位 cluster からできていた。

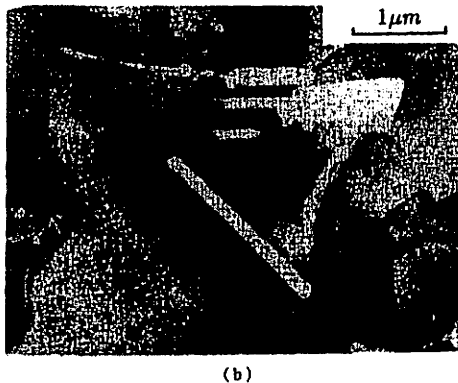
3・3・2 疲労後の窒化圧延材の下部組織 3・3・1項の窒化処理によって生じた下部組織の疲労による変遷を以下に記す。

まず、窒化圧延材の時間強度に相当する応力 $\sigma=750\text{ MPa}$ を負荷したときの下部組織を図10~12に示す。図10は化合物層内側の組織であるが、図6(b)に示した疲労前の組織とほとんど変わっていない。これより、化合物層ではこの応力下でも転位の運動や増殖は全く起こらないことがわかった。これは試験片表面上に転位運動の痕跡であるすべり線が全く観察されないこととも一致する。

図11は化合物層直下の組織で、局部的には(a)の



(a)



(b)

Fig. 6 Substructures of the inner part of the compound layer produced by nitriding

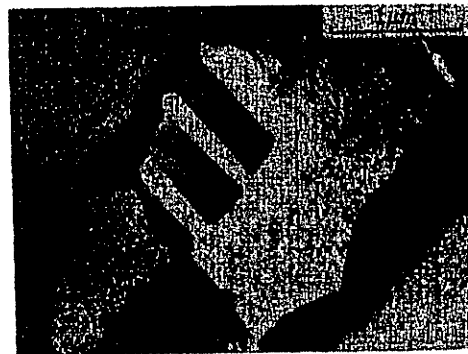
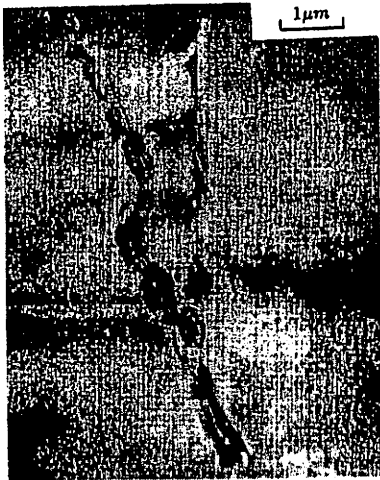


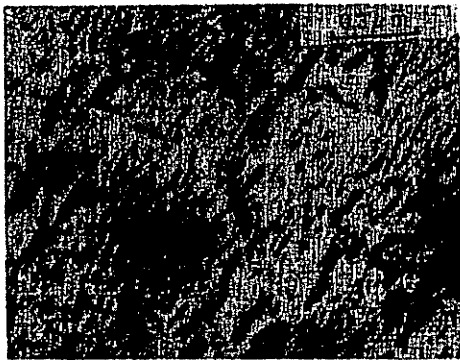
Fig. 7 Substructure just below the compound layer produced by nitriding



(a)



(b)



(c)

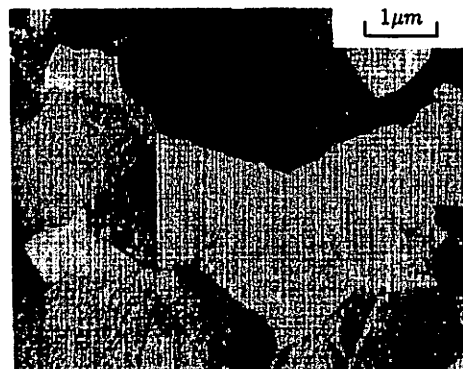
Fig. 8 Substructures just below the compound layer produced by nitriding

ような疲労前の組織の形態を保持しているのも見られたが、大部分は(b)、(c)のように互いに絡み合った転位が連結しセルの初期の形態を形作っていた。これより、この応力下では、化合物層直下のすべり運動に好都合な方位の結晶粒では転位の運動や増殖が活発に行われることがわかった。これは、窒化焼なまし材において疲労き裂が化合物層直下のすべり運動の活性な結晶粒に発生するという前報の結果とも定性的に一致する。また、双晶を伴うセル組織も観察されたが、その形態的特徴は疲労前のものと一致し、疲労による組織の変化は全く見られなかった。

また、拡散層内部では、図 12 に示すようなセル形成途上にあると思われる組織も観察されたが、そのような組織は極めて少なくほとんどが疲労前の組織の形態を保持しており、化合物層直下と比べ転位運動が不活発であることがわかった。



Fig. 9 Substructure of the diffusion layer produced by nitriding

Fig. 10 Substructure of the inner part of the compound layer after cyclic loading ($\sigma=750$ MPa, $N=8 \times 10^4$)

次に、前報の結果と比較するために、窒化焼なまし材と同じ応力振幅 $\sigma=620$ MPa 下で形成された試料中の下部組織を観てみた。この応力下では、窒化焼なまし材では明瞭なセル組織が形成されたが、窒化圧延材では化合物層内側、化合物層直下、拡散層内部の組織とも 3・3・1 項の疲労前の組織とはほとんど変わ

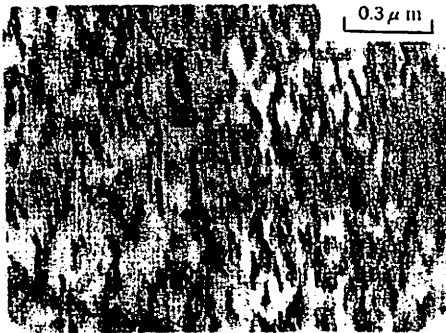
っていなかった。例として疲労き裂の発生と密接な関係のある化合物層直下の組織を図 13 に示すが、この組織は前述の $\sigma=750$ MPa で形成された図 11(b)、(c) の組織とは明らかに異なっている。これは図 13 の転位 cluster が N 原子と強固に固着しており、そのため $\sigma=620$ MPa 下ではこのような固着から転位を解放することができないためだと思われる。

以上より、市販の一般構造用圧延鋼 SS 400 を窒化処理した場合の下部組織の形態や窒化処理後疲労させた場合の下部組織の形態をまとめた概観図を図 14 に示す。

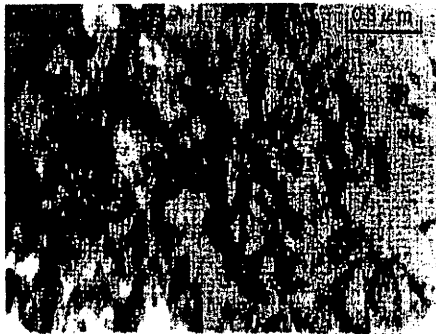
4. 結 語

市販の一般構造用圧延鋼 SS 400 について、窒化処理と疲労試験を行い、両過程で形成された下部組織を観察した結果以下のことが明らかになった。

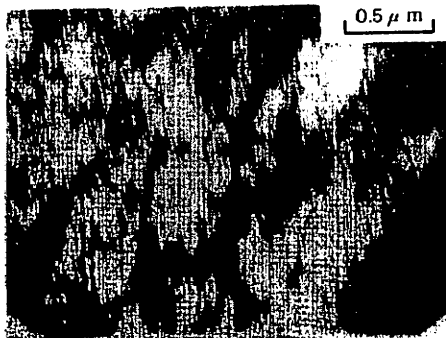
(1) 窒化処理前の圧延材と焼なまし材の疲労強度



(a)



(b)



(c)

Fig. 11 Substructures just below the compound layer after cyclic loading ($\sigma=750$ MPa, $N=8 \times 10^4$)

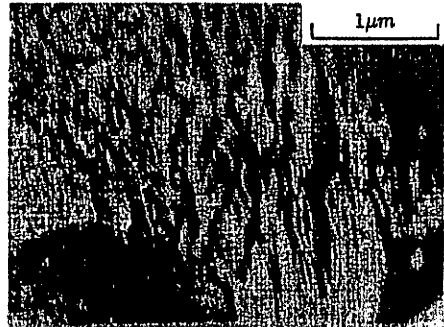


Fig. 12 Substructure of the diffusion layer after cyclic loading ($\sigma=750$ MPa, $N=8 \times 10^4$)



Fig. 13 Substructure just below the compound layer after cyclic loading ($\sigma=620$ MPa, $N=8 \times 10^4$)

ほぼ同一の値となったが、窒化処理後は、圧延材のほうが焼なまし材よりも高くなり、圧延により形成された下部組織が窒化による疲労強度上昇に有効であることがわかった。

圧延材を窒化処理すると

(2) 化合物層内側では元の圧延材のセル組織は保持されるが、セル内に双晶が現れ、結晶構造の変化が見られた。また、化合物層直下では双晶を伴うセル組

織からなる γ 領域とセル組織が消滅し転位の再配列した α 相からなる領域が共存していた。拡散層内部では元のセル組織の一部は残存しているものの大部分は転位の再配列した α 相からできていた。

窒化処理した圧延材を疲労させると

(3) 化合物層内側の組織には変化が全く見られず、化合物層では疲労過程ですべり運動が起こらないことがわかった。また、化合物層直下でも γ 相領域

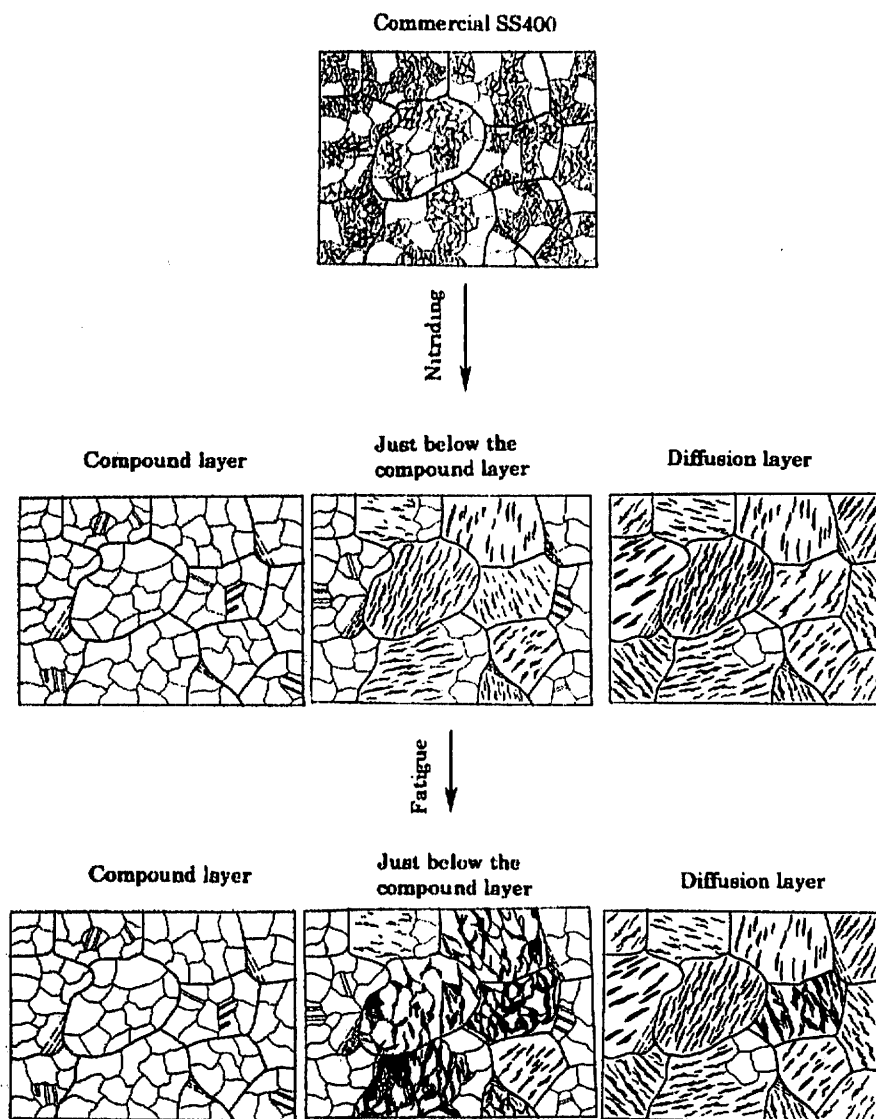


Fig. 14 Schematic illustration of the substructures produced by nitriding and fatigue

では組織の変化は全く見られないが、 α 相領域の組織は変化し、幅の広い亜境界をもつ初期セルの形成が見られ、その領域での転位運動や増殖の活性を知る事ができた。また、拡散相内部では、ごく一部に転位運動の活発な領域が見られるもののほとんどの領域で内部組織の変化は起こらなかった。

文 献

- (1) 寺沢正男・ほか2名, 材料, 16-171 (1987), 991-996.
- (2) 喜多清・ほか5名, 日本金属学会誌, 37-1 (1973), 26-32.
- (3) Koga, M., ほか2名, *Proc. 20th Japan Cong. Mat. Res.*, (1977), 59-64.
- (4) 浅見克敏, 日本材料学会第17回疲労シンポジウム前刷集, (1984-8), 88-92.
- (5) 森田辰郎・ほか2名, 機論, 58-546, A(1992), 172-177.
- (6) 森田辰郎・ほか3名, 機論, 63-605, A(1997), 1-6.
- (7) 鈴木秀人・ほか2名, 機械学会材料力学部門講演会講演論文集, B(1996-10), 329-330.
- (8) 塩澤和章・ほか5名, 機械学会材料力学部門講演会講演論文集, B(1996-10), 337-338.
- (9) 今井勇之進・香川博幸, 日本金属学会誌, 30-3 (1966), 290-296.
- (10) 救岐英夫・ほか4名, 機論, 65-632, A(1999), 808-815.
- (11) 栗谷丈夫・ほか4名, 材料, 27-294 (1978), 257-263.
- (12) 日本金属学会編, 格子欠陥と金属の機械的性質, (1971), 16, 丸善.
- (13) 上村正雄・ほか2名, 材料, 20-214 (1971), 839-843.
- (14) 幸田成康, 金属物理学序論, (1985), 148, 281, コロナ社.