

窒化した SS 400 の疲労特性と転位組織*

兼城 英夫^{*1}, 下地 義光^{*2}, 真壁 朝敏^{*1}
真喜志 隆^{*1}, 片桐 一宗^{*3}

Fatigue Properties and Dislocation Structures of Nitrided SS 400

Hideo KANESHIRO, Yoshimitsu SHIMOJI, Chobin MAKABE,
Takashi MAKISHI and Kazumune KATAGIRI

Fatigue properties of the nitrided SS 400 are investigated on the basis of the observation of dislocation structures, surface topography and fracture surface by means of optical and electron microscopy. Both slip bands and dislocation structures during stress cycling are not formed in the compound layer. The dislocation morphology of the diffusion layer is composed of the untangled and uniformly distributed dislocations and the clusters of the dislocation dipoles at lower stress amplitude, but well defined cell structures at higher stress amplitude. It is also found that the fatigue cracks of the nitrided specimen are initiated without the formation of slip bands and the separation between the compound layer and the diffusion layer occurs during cyclic loading. On the basis of these observations, a mechanism of fatigue fracture for the nitrided SS 400 is proposed.

Key Words: Fatigue, Dislocation, Iron and Steel, Nitriding Steel, Cell Structure, Dislocation Clusters

1. 結 言

金属材料に窒化処理を行うと耐摩耗性及耐食性だけでなく耐疲労性も向上することが知られている。そのため、近年、窒化材の疲労に関して多くの研究が行われ、その結果、非窒化材とは異なる種々の知見が得られてきている^{(1)~(10)}。しかしながら、これまでの研究は、試験片の表面や破面観察に立脚したものが多く、疲労過程で形成される転位組織の観察から窒化材の疲労特性を研究したものは極めて少ないようである。

一般に、材料の疲労破壊の過程は、応力繰返しに伴うき裂の発生とそれに続くき裂の成長および最終破断から構成されている。そのうち、特に、き裂の発生は、非窒化材の場合、内部組織と密接な関係があるという視点から多くの研究が行われ、その結果、粒内および粒界でのき裂発生と転位組織との相互関係が明らかにされた^{(9)~(10)}。一方、窒化材は、非窒化材と異なって、化合物層、拡散層、マトリックスという機械的性質の

異なる三つの相から構成された一種の複合材料であり、これらが疲労過程でどのような挙動を示すか転位組織的に興味を持たれる。

以上の観点から、本報では、一般構造用圧延鋼 SS 400 の焼なまし材と窒化材について疲労試験を行い、これら二つの材料の転位組織や表面ならびに破断面の比較を行うことにより、窒化した SS 400 の疲労特性について検討した。

2. 使用材料および実験方法

実験に用いた材料は市販の一般構造用圧延鋼 SS 400 の板材で、900°C で 1 時間のひずみ除去焼なましを行った後、図 1 に示す形状・寸法の試験片に機械加工した。試験片はその後、さらに 600°C で 1 時間の真空焼なましを行った後、電解研磨で表面層を約 30 μm 除去して実験に供した(以下焼なまし材と称す)。表 1 と表 2 に供試材の化学成分と機械的性質を示す。窒化材は焼なまし材を 570°C の LiCNO の塩浴中に 1 時間浸漬した後油冷して作製した。

疲労試験は島津 UF 15 形万能試験機を用いて両振りの平面曲げ応力のもとで行った。転位組織の観察に用いた薄膜試料は、まず、所要の応力振幅で適当な応力繰返しを与えた試験片の平行部から $6 \times 4 \times 0.4 \text{ mm}^3$

* 原稿受付 1998 年 5 月 11 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。^{*3} 正員、岩手大学工学部 (〒020-0066 盛岡市上田 4-3-5)。
E-mail: kaneshiro@tec.u-ryukyu.ac.jp

の薄板を放電加工機で切り出した後、エメリー紙で約0.15 mmの厚さまで仕上げ、これにジェット式電解研磨法を適用して電子線の透過可能な薄膜試料を作製した。このような薄膜試料中の転位組織を透過形電子顕微鏡(TEM)を用いて200 kVの加速電圧下で観察した。また光学顕微鏡や走査形電子顕微鏡(SEM)を用いて試料の表面や破断面の観察も行った。

3. 実験結果および考察

3・1 組織、硬さおよびS-N曲線 SS400の焼なまし材と窒化材の組織を図2と図3に示す。図2は焼なまし材の組織写真で、地は主としてフェライト組織になっているが、局所的に結晶粒界に沿って発達したパーライト組織も見られる。図3は窒化材の縦断面の組織写真で、よく知られるように、試験片表面に沿って化合物層が形成され、またその下部に拡散層が広

がっているのかわかる。本実験で得られた化合物層の厚さは5~7 μm で、拡散層は表面から約0.5 mmの深さまで発達していた。

図4に窒化材の縦断面における硬さ分布を示す。図4より、化合物層は極めて硬く内部のフェライト地の約3倍の値を示すこと、また化合物層から拡散層に向かって硬さが急激に低下しているのがわかる。図5はそれぞれ図2と図3の組織を有する焼なまし材と窒化材のS-N曲線である。焼なまし材の疲労限が約250 MPaであるのに対し窒化材の疲労限は約600 MPaと非常に高く、SS400の窒化効果の大きいことがわかる。なお、図中の破線は、薄膜作製に採用した応力振幅($\sigma=216$ MPa, 300 MPa, 370 MPa, 620 MPa)と疲労試験を中断した繰返し数との関係を示す。

3・2 表面形態 疲労後の両材の表面の様相を図6と図7に示す。焼なまし材の表面には無数のすべり帯が形成されているのと対照的に、窒化材では全くす

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 (%)
319.4	306.3	404.7	65.6

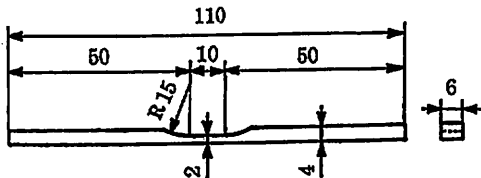


Fig. 1 Shape and dimensions of test specimen [mm]



Fig. 2 Microstructure of annealed SS 400

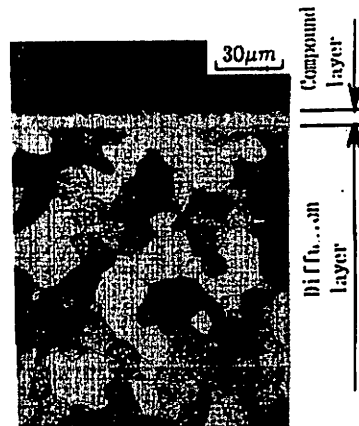


Fig. 3 Microstructure of nitrided SS 400

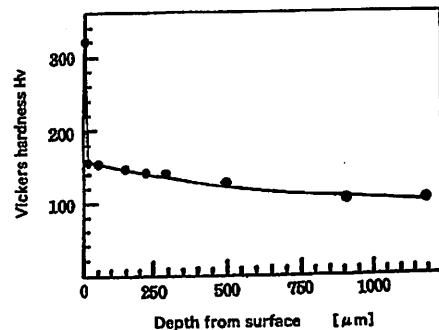


Fig. 4 Vickers hardness distribution

べり帯は観察されなかった。すべり帯の階段は数百の転位の表面からの脱出により生ずる。これより、窒化材では転位の表面からの脱出が全く起こらないこと、窒化材の最表面すなわち化合物層では転位運動が極めて不活発なことがわかる。これは、後述の化合物層の下部組織の観察結果と一致している。

3.3 焼なまし材の下部組織 図8～11に疲労過程で形成された焼なまし材の転位組織を示す。図8は

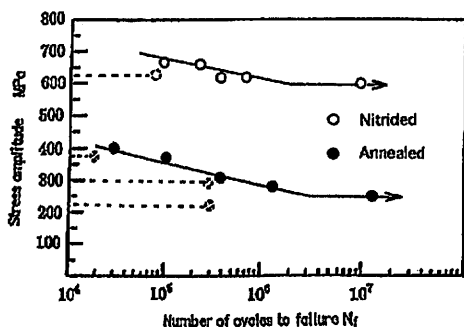


Fig. 5 S-N curves of both annealed and nitrided specimens



Fig. 6 Surface topography of annealed specimen after fatigue ($\sigma=300$ MPa, $N=3 \times 10^5$)

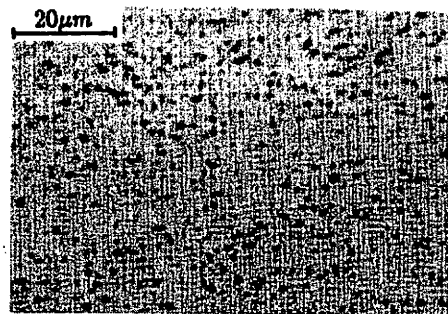


Fig. 7 Surface topography of nitrided specimen after fatigue ($\sigma=620$ MPa, $N=3 \times 10^5$)

疲労限以下の応力($\sigma=216$ MPa)で形成された代表的な転位組織で、この応力下では bundle 化した転位も一部に見られたが、大部分は図に見られるような一様分布の様相を呈していた。なお、紙面の都合上省略したが、この応力でも試験片表面上には密度は極めて低いがすべり帯の形成が見られた。

次に、図9～11に、疲労限以上の応力振幅で形成された表面近傍の下部組織を示す。本実験では、2種類の応力振幅($\sigma=300$ MPa, $N_f=1.5 \times 10^6$; $\sigma=370$ MPa, $N_f=10^6$)下で形成された組織を観察したが、いずれの場合でも、表面近傍には純銅に見られるような band 組織や固執すべり帯(PSB)と関連した特殊な組織は観察されず、セル組織のみが観察された。本実験は平面曲げで、断面には応力こう配があり、形成される転位組織も深さ方向に変化していると思われるが、内部の組織は疲労き裂の発生と関係が小さいとの判断から、本実験では深さ約 $90 \mu\text{m}$ までの下部組織のみを

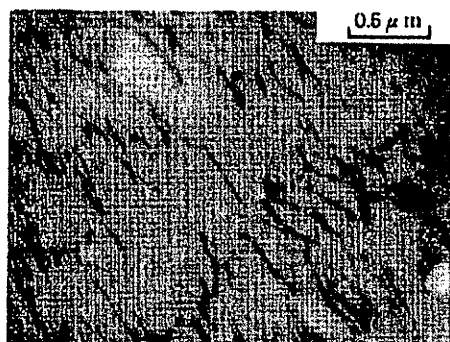


Fig. 8 Dislocation arrangement at a depth of $\sim 5 \mu\text{m}$ below the surface of the annealed specimen ($\sigma=216$ MPa, $N=3 \times 10^5$)



Fig. 9 Dislocation arrangement at a depth of $\sim 5 \mu\text{m}$ below the surface of the annealed specimen ($\sigma=300$ MPa, $N=3 \times 10^5$)

観察した。観察した領域では組織は全部セル化していたが、応力が低くまた表面からの深さが増すほどセル寸法がいくらか大きくなる傾向を示した。

Chopra ら⁽¹⁶⁾ は、 α 鉄について 3 種類の軸ひずみ一定の疲労試験を行い、その結果、下部組織が飽和するまでの繰返し数は作用ひずみの大きさの影響を受けるが、最終的にはいずれのひずみ振幅下でもセル組織が形成されることを報告している。一方、 α 鉄の引張圧縮の疲労試験を行った Klesnil ら⁽¹⁷⁾ によれば、応力振幅は表面層の転位配列に影響を与えず低応力でも高応力でも表面層には PSB の組織が形成されるが、試料内部では、低応力では band 組織になり高応力ではセル組織になることを報告している。材料は異なるが、著者ら⁽¹⁸⁾ の行った純銅の引張圧縮下では、高サイクル領域ではマトリックスの組織は band 組織になり、低サイクル領域ではセル組織になった。また、Grosskreutz によれば⁽¹⁹⁾、繰返し曲げを受けたアルミニウ

ムでは、疲労の初期の転位形態は cluster になっているが、繰返し数の増加に伴って等軸セルや伸延セルになるようである。

以上のように、疲労過程で形成される下部組織は材質や応力振幅、作用する応力形態等の影響を受ける。応力形態との関係を知るために、炭素鋼の疲労限度 σ_w と引張強さ σ_B の比 $\beta = \sigma_w / \sigma_B$ を調べてみると、 β は引張圧縮で 0.32~0.36 の値となるが、平面曲げや回転曲げでは 0.46~0.63 の値である⁽¹⁹⁾。これより、時間強度域では、応力勾配をもつ繰返し曲げのほうが一様応力の引張圧縮と比べて、表面層に作用する応力が大きいことがわかる。本実験で用いた SS 400 の場合 β は 0.62 と大きく、そのため表面近傍で繰返される応力が一様応力の場合よりもかなり大きくなり、表面近傍にセル組織が形成されやすくなっているのではないと思われる。

3・4 窒化材の下部組織 最初に、窒化の効果をj知るために、窒化材の疲労限よりは低いが焼なまし材と同一の応力振幅で疲労した試験片の下部組織につい



Fig. 10 Dislocation arrangement at a depth of $\sim 5 \mu\text{m}$ below the surface of the annealed specimen ($\sigma = 370 \text{ MPa}$, $N = 2 \times 10^6$)



Fig. 12 Substructure of the compound layer ($\sigma = 370 \text{ MPa}$, $N = 2 \times 10^6$)



Fig. 11 Dislocation arrangement at a depth of $\sim 20 \mu\text{m}$ below the surface of the annealed specimen ($\sigma = 370 \text{ MPa}$, $N = 2 \times 10^6$)



Fig. 13 Twins in the compound layer at low magnification ($\sigma = 370 \text{ MPa}$, $N = 2 \times 10^6$)

て調べた。図12～16に焼なまし材と同一の応力で疲労した窒化材の化合物層と拡散層の下部組織を示す。化合物層の下部組織については、表面直下の組織と表面から深さ約3 μm および6 μm における組織についてそれぞれ観察を行ったが、それらの間に有意差がなかったため、まとめて図12～14に示す。図12は化合物層の組織であるが、組織中に転位が全く発生していないことがわかる。図13および図14は化合物層中に存する双晶組織で、このように化合物層には数多くの双晶が含まれていること、また図14の高倍率の写真から、これら双晶中にも転位組織は全く形成されていないことがわかる。このような化合物層における転位運動の不活性性は前述の表面観察の結果とも一致する。図15および図16は表面下約15 μm における拡散層の転位組織で、図15に見られるように、転位が互いにangleせず一様分布したものや、図16のような転位双極子のbundle(またはcluster)が観察された。同一応力下の焼なまし材では、図10と図11に示した



Fig. 14 Twins in the compound layer at high magnification ($\sigma=370\text{ MPa}$, $N=2\times 10^4$)

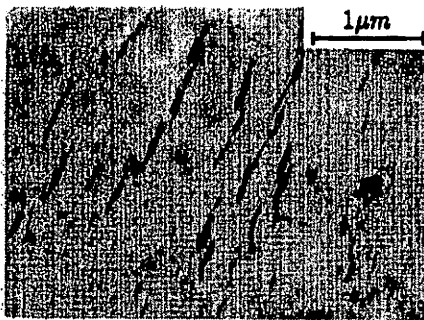


Fig. 15 Dislocation arrangement at a depth of $\sim 15\text{ }\mu\text{m}$ below the surface of the nitrided specimen ($\sigma=370\text{ MPa}$, $N=2\times 10^4$)

ように、明りょうなセル組織が形成されるので、それらと比較すると窒化材の拡散層では転位の運動が抑制されているのがわかる。転位運動と析出物や介在物との関係については、Wooら^[20]がアルミナ粒子を含む銅単結晶について行った実験によれば、アルミナ粒子はらせん転位の運動を妨害すると同時に双極子の形成を促進するようである。同様に、Grosskreutzら^[21]も、2024-T4アルミニウム合金において析出物が転位の運動を阻止することを報告している。しかしながら、本実験では、窒化物と転位の相互作用をとらえることはできなかった。その原因として、電子顕微鏡写真の小さな黒い斑点は電解研磨で生じる腐食生成物と混同しやすいこと、またTEMの鏡筒内は磁場レンズになっているため窒化物が磁場の影響を受けて移動してしまうことなどが考えられるが、これについては今後の課題である。

図17と図18に窒化材の疲労限より高い応力を受けた試料の拡散層に形成された下部組織を示す(化合物層の下部組織は前述の図12～14と全く同じであったので省略する)。表面下6 μm の薄膜では化合物層と拡散層の両方の組織が観察されたが、化合物層の組織はこれまでのものと同じであったので、図17には拡散層の下部組織のみを示した。図17と図18より、負荷応力が十分高ければ、窒化材の拡散層にも焼なまし材と同様の明りょうなセル組織が形成されることがわかった。これは、応力が高ければ、転位は窒化物のような障害物を乗り越えて、固有の組織を形成することができることを示している。

3・5 表面および破面観察 図19に、窒化材の表面に発生したき裂の光学顕微鏡写真を示す。図中のA、B、Cで示す位置に三つの微小き裂の発生が見られるが、き裂の先端や周辺に全くすべり帯の形成が見ら

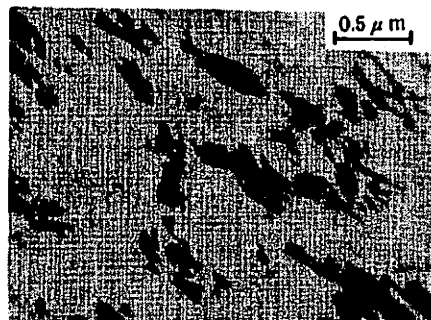


Fig. 16 Dislocation arrangement at a depth of $\sim 15\text{ }\mu\text{m}$ below the surface of the nitrided specimen ($\sigma=370\text{ MPa}$, $N=2\times 10^4$)

れない、これより、窒化材では、通常の金属材料とは異なった疲労き裂の発生機構が作用しているものと思われる。特に、き裂発生までの繰返し数の全寿命に占める割合が焼なまし材と窒化材では大きく異なっていた。すなわち、焼なまし材ではき裂発生は寿命の約



Fig. 17 Dislocation arrangement at a depth of $\sim 6 \mu\text{m}$ below the surface of the nitrided specimen ($\sigma = 620 \text{ MPa}$, $N = 2 \times 10^4$)



Fig. 18 Dislocation arrangement at a depth of $\sim 10 \mu\text{m}$ below the surface of the nitrided specimen ($\sigma = 620 \text{ MPa}$, $N = 2 \times 10^4$)

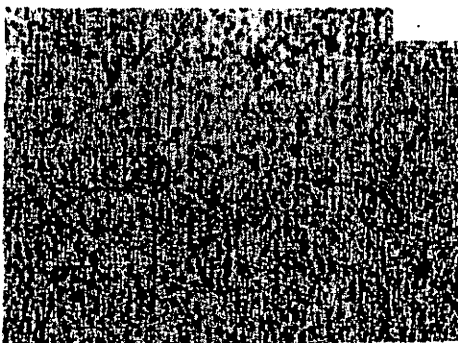


Fig. 19 Fatigue crack initiation of the nitrided specimen ($\sigma = 650 \text{ MPa}$, $N = 2.75 \times 10^4$)

20%であったが、窒化材では破断直前までき裂の発生を確認することができない場合が多かった。図20に窒化材の疲労破面のき裂発生領域のSEM写真を示す、これより、化合物層と拡散層の間にはく離が生じているのがわかる。このようなはく離を森田ら⁽¹⁰⁾も窒化処理したTi-6Al-4Vにおいて観察している。次に、疲労限の応力を 10^7 回繰返した試料の横断面のSEM写真を図21に示す。この試料の表面上にはき裂は確認されなかったが、図21からわかるように、化合物層と拡散層の境界部にはく離が生じており、これは上述の破面観察とも一致する。

窒化材の疲労破壊の形態として、介在物を起点として破壊に至る、いわゆる“fish eye”形を呈するもの⁽²⁾⁽³⁾⁽⁵⁾⁽⁷⁾⁽⁸⁾⁽⁹⁾や化合物層に生じた割れが内部の硬化層に伝ばして破壊に至るもの⁽²⁾⁽³⁾⁽⁶⁾等が報告されているが、これらの機構は本研究で用いたSS400の窒化材には適用できないように思われる。本研究の実験結果に基づくSS400の窒化材の疲労破壊の経過を図22に示

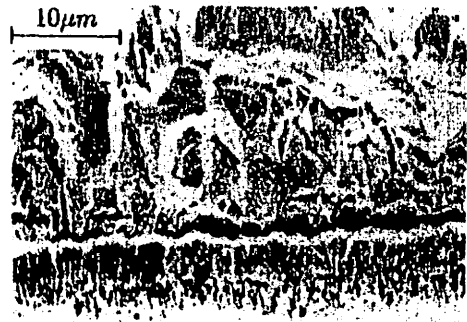


Fig. 20 Fatigue fracture surface of the nitrided specimen ($\sigma = 620 \text{ MPa}$)

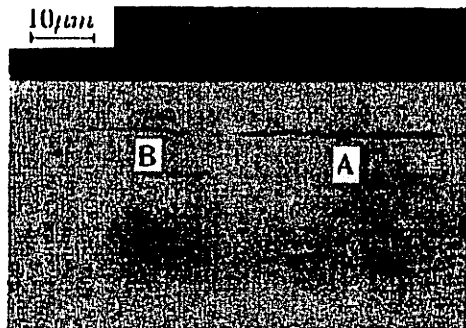


Fig. 21 Scanning electron micrograph of the cross section of the nitrided specimen ($\sigma = 600 \text{ MPa}$, $N = 10^7$)

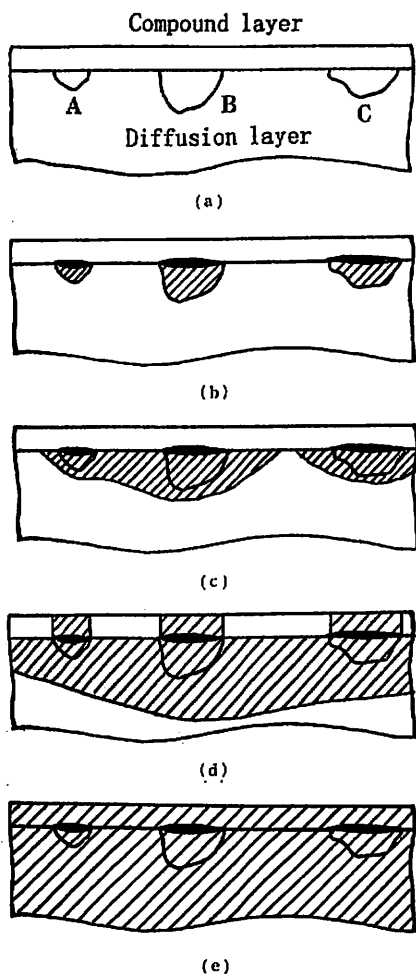


Fig. 22 Schematic illustration of the formation and the expansion of the fracture surface in the nitrided SS 400

す。図 22 は、試験片の縦主軸方向から見た疲労破面の形成と拡大の様相を示したものである。図 22(a) は応力を負荷する前の状態で、図中 A, B および C をすべり運動が非常に活発な結晶粒とする。このような結晶粒が応力繰返しを受けると、結晶粒中に固有の転位組織が形成されるとともに増殖した転位の一部は表面に向かって移動を始めるが、化合物層によって阻止されるため化合物層と拡散層の境界に多くの転位が堆積することになる。Zener⁽²²⁾ や Yokobori⁽²³⁾ によれば、堆積転位の応力集中によって結晶粒界や介在物に沿ってき裂が発生する。図 22(b) は、このような機構を基に描いたもので、化合物層と拡散層の境界にはく離が生じるとともに、すべり運動の活性な結晶粒に第

一段階のき裂の破面が形成される。さらに、応力繰返しが進むと、図 22(c) に示すように、それぞれの破面領域が広がると同時に互いに合体してき裂面領域の拡大が起こる。この段階でも試験片表面にき裂は形成されず、図 22(d) に示すように、き裂面が断面の大部分を占めるに至ったときに化合物層の脆性割れによって表面にき裂が現れる。その後は、図 22(e) に示すように、化合物層の急速な脆性破壊を伴いつつ断面全体の最終破壊に至る。

4. 結 言

一般構造用圧延鋼 SS 400 の焼なまし材と窒化材について疲労試験を行い、両材の表面近傍に形成された転位組織や試料表面ならびに破面形態を観察して比較することにより、以下のことが明らかになった。

(1) 焼なまし材では形成されるすべり帯が窒化材表面では全く観察されなかった。これより、窒化材の表面層を構成する化合物層からは転位が表面に達し、消滅することがないことがわかった。

(2) 本実験で用いた応力振幅の範囲では、化合物層に転位組織の形成が見られず、化合物層では転位運動が活発でないことがわかった。

(3) 一方、拡散層では、負荷応力が焼なまし材と同じ場合は、転位が tangle せずに一様分布したものや転位双極子の cluster 等が観察された。しかし、負荷応力が窒化材の疲労限界よりも大きい場合は、焼なまし材と同様の明りょうなセル組織が形成された。これより、拡散層では転位の運動が抑制されるが、負荷応力が大きくなると転位は障害物を乗り越えて固有の組織を形成することがわかった。

(4) 窒化材では、疲労き裂はすべり帯の形成を伴わず発生した。また、化合物層と拡散層の間にはく離が生じた。

文 献

- (1) 寺沢正男・ほか 2 名, 材料, 16-171 (1967), 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, 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 3 名, 機論, 56-529, A(1990), 1915-1919.
- (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) Lukas, P., ほか 2 名, Phys. Stat. Sol., 27 (1968), 545-558.
- (10) Lukas, P. and Klesnil, M., Phys. Stat. Sol., 37 (1970), 833-842.

- (11) Katagiri, K., ほか 3 名, *Met. Trans., A*, 8 (1977), 1769-1773.
- (12) Kaneshiro, H., ほか 4 名, *Met. Trans., A*, 19 (1988), 1237-1262.
- (13) Kaneshiro, H., 4 名, *Met. Trans., A*, 21 (1990), 667-671.
- (14) 兼城英夫・ほか 2 名, *機論*, 59 560, A (1993), 910-915.
- (15) 兼城英夫・ほか 3 名, *機論*, 62 595, A (1996), 654-660.
- (16) Chopra, O. K. and Gowder, C. V. B., *Phil. Mag.*, 29 (1974), 583-591.
- (17) Klesnil, M. and Lukas, P., *J. Iron Steel Inst.*, 203 (1965), 1043-1049.
- (18) Grosskreutz, J. C., *J. Appl. Phys.*, 34 (1963), 372-379.
- (19) 石橋正, 金属の疲労と破壊の防止, (1967), 373, 養賢堂.
- (20) Woo, O. T., ほか 3 名, *Acta Met.*, 22 (1974), 385-397.
- (21) Grosskreutz, J. C. and Shaw, G. G., *ASTM STP*, 415 (1967), 226-241.
- (22) Zener, C., *Trans. ASM*, 40 (1948), 3-31.
- (23) Yokobori, T., *Trans. ASME, J. Appl. Mech.*, (1957), 77-80.