

# 冷間工具鋼の回転曲げ疲労特性に及ぼす 残留オーステナイトおよび窒化の影響

横井 大円\*1・春名 靖志\*2

Effects of retained austenite and nitriding on rotating  
bending fatigue properties of cold work tool steel  
Daiei Yokoi and Yasushi Haruna

Synopsis: Effects of retained austenite and nitriding on rotating bending fatigue properties of cold work tool steel have been investigated using QCM8, which contains 0.8C-8Cr-2Mo-0.5V. Fatigue specimens were tempered at 470°C, 520°C and 540°C after quenching from 1030°C. Plasma-nitriding was conducted at 450°C for 3 hours after tempering. These tempering temperatures were decided by the following reasons: the hardness is same for the materials tempered at 470°C and 540°C, the material tempered at 520°C has the highest hardness, and the material tempered at 470°C contains 15 vol% retained austenite. Fatigue lives of nitrated specimens was five times longer than non-nitrated specimens, especially at higher stress amplitude. It was considered that crack initiation sites for nitrated specimens were shifted to interior of specimens because of generation of hardened layer and compressive stress near specimen surface by nitriding, while fatigued cracks generated at or near surface for non-nitrated specimens. At crack initiation sites, carbides or inclusions were observed in all specimens. Fatigue strength of nitrated specimens tempered at 470°C was higher than other nitrated specimens. It was considered that stabilized  $\gamma_R$  was contributed to suppress cracking of the carbides, which act as fatigue crack initiation sites.

Key words: cold work tool steel; JIS-SKD11; nitride; rotating fatigue test; retained austenite;

## 1. 緒言

近年、冷間で用いられる金型が使用される環境はますます苛酷になっており、冷間工具鋼の耐疲労特性の改善は重要な課題となっている<sup>1)</sup>。冷間工具鋼は、60HRC前後の高硬度で使用され、耐摩耗性を得るために不可欠な炭化物を多く含む。この炭化物の存在は、組織の感受性を高めることから、一般に疲労寿命のばらつきが大きい。実際に冷間工具鋼製金型では、極めて低応力の繰返しによって破壊に至るケースもあり、材質面からの改善が必要となっている。しかしながら、従来の研究では、静的および衝撃的な1回だけの荷重による評価が中心であり、疲労特性の評価はあまり行われていないのが現状である<sup>2)</sup>。

筆者らは、最近、代表的な冷間工具鋼であるSKD11を低C低Cr化することにより炭化物を微細化し、強じん化を図った8%Cr系冷間工具鋼QCM8の引張圧縮疲労特性に関する調査を行った。その結果、QCM8の疲労強度は、SKD11よりも大幅に改善されることを明らかにしてきた<sup>3)</sup>。また、QCM8の引張圧縮疲労特性に及ぼす焼戻温度および

応力振幅の影響についても検討した。その結果、残留オーステナイト（以下、 $\gamma_R$ と略記する）を多く含む低温焼戻材は、 $\gamma_R$ をほとんど含まない高温焼戻材よりも破壊じん性が高く、疲労寿命に優れることを報告した<sup>4)</sup>。

従来、冷間工具鋼において、 $\gamma_R$ は硬さや耐力の低下、寸法安定性に不利という観点から、その量をなるべく少なくする努力がなされ、積極的に利用されてこなかった。

最近、被加工材の難加工化にともない、工具鋼のじん化法として $\gamma_R$ の利用が見直されつつある<sup>5)</sup>。しかしながら、冷間工具鋼の機械的性質に及ぼす $\gamma_R$ の影響については、いくつかの報告<sup>6,7)</sup>がある程度であり、疲労特性に関する研究は見当たらないように思われる。他方、 $\gamma_R$ は焼戻し時あるいは窒化時におけるC、Nの固溶によって化学的に安定度が増すこと、機械的性質には $\gamma_R$ の安定度が影響することが知られている<sup>8)</sup>ことから、疲労特性の検討に際しては、 $\gamma_R$ の安定度を考慮した調査が必要と考えられる。

そこで、本研究ではQCM8を用い、先ず静的引張強度特性に及ぼす $\gamma_R$ の影響を調査するとともに、 $\gamma_R$ の安定化に及ぼす焼戻しおよび窒化によるN固溶の影響について検討

\*1 研究・開発センター，高合金鋼グループ，工博

\*2 研究・開発センター，高合金鋼グループ長，工博

した。さらに、小野式回転曲げ疲労試験を行い、疲労特性に及ぼす焼戻温度およびプラズマ窒化の影響を検討するとともに、その破面解析を行い、微細組織との関連性、特に $\gamma_R$ の影響について検討を行った。

## 2. 供試材および実験方法

供試材は8%Cr系冷間工具鋼QCM8を用いた。

Table1に、その化学成分を示す。供試材は、 $\phi$  32mm 圧延棒材から採取し、試験片形状に粗加工した。その後、焼入れは1030 で0.5h保持し空冷した。

Table1. Chemical composition of QCM8 (mass%).

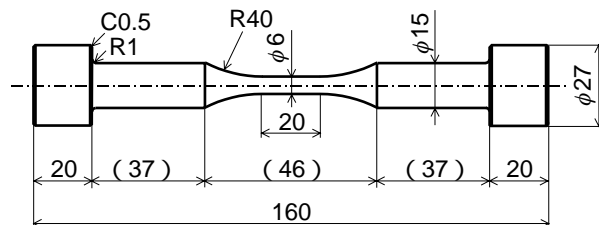
C	Si	Mn	Cr	Mo	V	P	S
0.80	0.88	0.38	8.01	1.90	0.54	0.024	0.002

組織調査用試験片の焼戻しは、180 ~ 550 の各温度で1h保持後空冷を2回繰り返して行った。同様に、引張試験片の焼戻しは、それぞれ180、470、520 および540 の各温度で行った。また、小野式回転曲げ疲労試験片については、それぞれ470、520 および540 の各温度で行った。引張試験片の焼戻温度の選定に当たっては、180、470 および540 では60HRCの同一硬さが得られること、 $\gamma_R$ の量および安定度が異なることを考慮し決定した。520 は二次硬化のピーク硬さ62HRCが得られる温度であることから選定した。また、小野式回転曲げ試験片については、窒化処理による母材の組織変化を避けるため、180 以外の上記3条件とした。

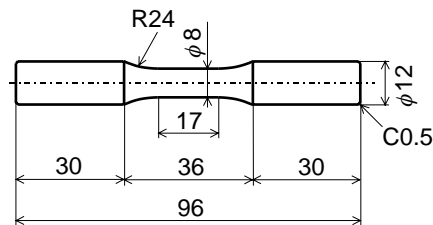
その後、Fig.1に示す形状に仕上加工を行い、一部の小野式回転曲げ疲労試験片にはプラズマ窒化を施した。なお、プラズマ窒化は、 $N_2$ および $H_2$ ガス雰囲気中 ( $N_2 : H_2 = 3 : 7$ ) において、焼戻温度よりも低温の450 で3h保持した後、Arガス冷却した。

組織観察は光学顕微鏡を用い、エッチング液には塩酸ピクリン酸アルコール溶液を用いた。また、 $\gamma_R$ の観察および元素分析には、透過型電子顕微鏡 (TEM)、エネルギー分散型X線分析装置 (EDX) を用いた。 $\gamma_R$ 量はオーステナイト相とマルテンサイト相からのX線回折線の積分強度から算出した<sup>9)</sup>。また、 $\gamma_R$ の格子定数は、 $\cos^2 \theta$  外挿法により求めた。

窒化層の硬さは、マイクロピッカース硬度計を用いて測定した。また、窒化層および母材の定性分析には疲労試験片と同じ焼入れ焼戻しおよび窒化処理を施した試験片を用い、注意深く表面をミクロン単位で研磨したものを薄膜X線回折装置を用いて行った。対陰極にはCuを用い、管電圧・電流はそれぞれ40kv、150mAとした。試験片表面の残留応力は、X線応力測定装置を用い、軸方向に $\sin^2 \psi$  法



(a) Tensile specimen



(b) Rotating bending fatigue specimen

Fig.1. Shape and dimensions of specimens.

で行った。

引張試験は室温大気中において、引張速度0.5mm/minにて行った。疲労試験は小野式回転曲げ疲労試験機を用い、大気中、室温で実施した。疲労破面は、実体顕微鏡およびSEMを用いて観察し、EDSを用いて破壊起点部の組成分析を行った。さらに、疲労起点部の組織変化を調べるため、照射X線ビーム径  $\phi$  50  $\mu$ mの細束X線装置を用いた。対陰極はCrで、管電圧・電流はそれぞれ35kv、150mAとした。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 焼入れ焼戻材 (QT材) のマイクロ組織

Fig.2に焼戻硬さおよび $\gamma_R$ 量に及ぼす焼戻温度の影響を示す。焼入れ後、焼戻温度の上昇にともない焼戻硬さは低下するが、500 付近において、合金炭化物の析出および $\gamma_R$ の分解にともない二次硬化を示す<sup>10)</sup>。また、焼戻温度500 までは $\gamma_R$ が約15vol%程度存在するが、500 を越えると大部分の $\gamma_R$ が分解することが分かる。

Fig.3に180 焼戻材の光学顕微鏡組織の一例を示す。組織は数  $\mu$ mの微細な炭化物が多数分散しており、十数  $\mu$ mの比較的粗大な炭化物も観察された。光学顕微鏡レベルにおける各焼戻組織の相違は小さく、各試験片ともに $\gamma_R$ の存在は確認することができなかった。そこで、透過型電子顕微鏡を用いて $\gamma_R$ の観察を行った。

Fig.4に470 焼戻材の透過型電子顕微鏡組織の一例を示す。 $\gamma_R$ は数百nmのブロック状であり、炭化物近傍に比較的多く分散していることが確認された。180 焼戻材でも、470 焼戻材と同様に、 $\gamma_R$ はブロック状に存在しており、その大きさについても顕著な違いは認められなかった。なお、500 以上の高温焼戻材については、 $\gamma_R$ が少量であることもあり、確認には至らなかった。

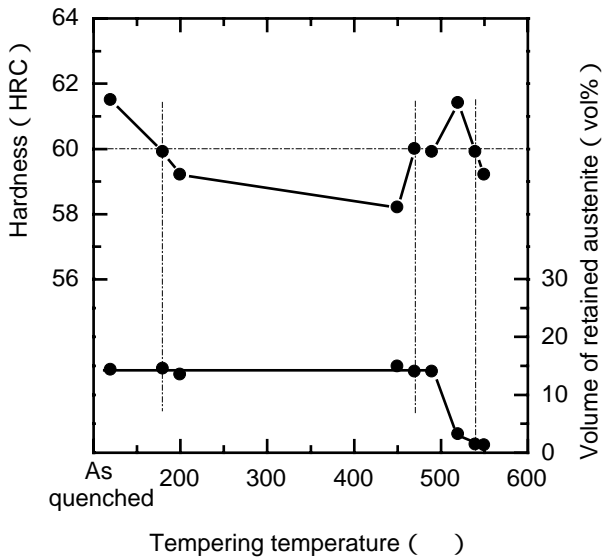


Fig. 2. Effect of tempering temperature on hardness and volume of retained austenite.

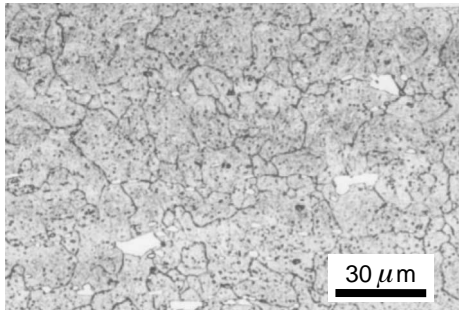


Fig. 3. Optical micrograph of tempered material at 180°C.

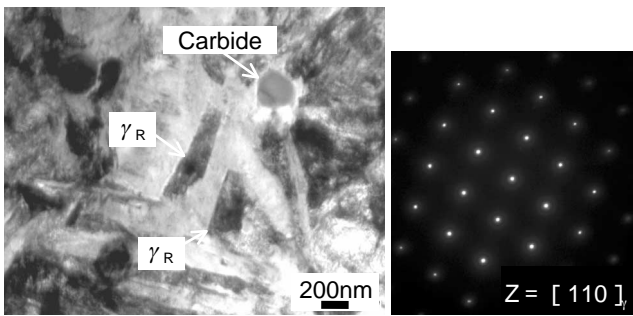


Fig. 4. Transmission electron micrographs of the specimen tempered at 470°C after quenching from 1030°C.

次に、Fig. 5に180 および470 焼戻材において観察された  $\gamma_R$  についてEDS分析した結果を示す。両焼戻材ともに、Fe、C、Si、Crが確認されたが、その他Mo、Vなどのピークは認められなかった。カウント数の比から、各焼戻材におけるCrおよびSi量はほぼ同程度であるが、C量は、470 焼戻材の方が180 焼戻材よりも若干多くなっていると推察される。このC量の違いは、 $\gamma_R$ の安定化に影響を及ぼす要因であると考えられるが、詳細については後述する。

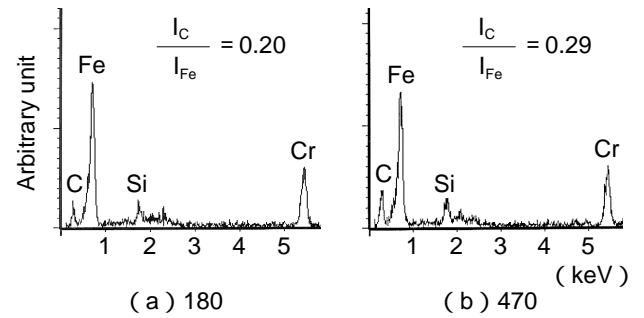


Fig. 5. EDX spectrum of the retained austenite.

### 3・2 QT材の引張強度特性に及ぼす $\gamma_R$ の影響

Table 2に各焼戻材の硬さ、 $\gamma_R$ 量および引張強度特性値を示した。なお、180、470 および540 焼戻材は硬さが同じであるが、 $\gamma_R$ の量および安定度が異なる。

最も硬さが高い520 焼戻材は、0.2%耐力および引張強さが最も高くなった。他方、同じ60HRC硬さの180、470 および540 焼戻材では、180 焼戻材の0.2%耐力は、各焼戻材の中で最も低くなったが、引張強さは高く、降伏比 ( $\sigma_y / \sigma_B$ ) が最も低くなった。一方、同量の  $\gamma_R$  を含む470 焼戻材の0.2%耐力は、180 焼戻材より若干高くなるものの、引張強さは最も低くなった。また、 $\gamma_R$  をほとんど含まない540 焼戻材は、0.2%耐力および引張強さがともに最も高くなった。これらの結果から、 $\alpha'$  よりも軟らかい  $\gamma_R$  の存在は、須藤ら<sup>5)</sup> が報告しているように、耐力を低下させると考えられる。また、一般に、引張強さは硬さに比例することが知られているが、硬さが同じであっても、焼戻温度によって引張強さは異なることがわかった。

Table 2. Mechanical properties of QCM8.

Tempering temp. (°C)	Hardness (HRC)	$\gamma_R$ (vol%)	0.2% proof stress $\sigma_y$ (MPa)	Tensile strength $\sigma_B$ (MPa)	$\sigma_y / \sigma_B$	Elongation (%)
180	60	14.5	1530	2460	0.62	3.8
470	60	14.0	1850	2190	0.84	2.0
520	62	2.0	2060	2620	0.78	3.5
540	60	1.4	2055	2475	0.83	3.3



次に、これらの引張強度特性と  $\gamma_R$  との関連性を検討するため、引張試験後の破断面下100  $\mu\text{m}$  の箇所における  $\gamma_R$  量を測定し、Fig.6にその結果を示す。なお、同図中には180 および470 近傍の焼戻材のデータもプロットし、焼戻温度の違いによる  $\gamma_R$  量変化の傾向を検討した。降伏比が最も低い180 焼戻材は、大部分の  $\gamma_R$  が引張試験時に  $\alpha'$  に変態するのに対し、470 焼戻材では引張試験後も残存する  $\gamma_R$  が比較的多い。これらは、180 および470 近傍の各焼戻材においても同様の傾向を示した。

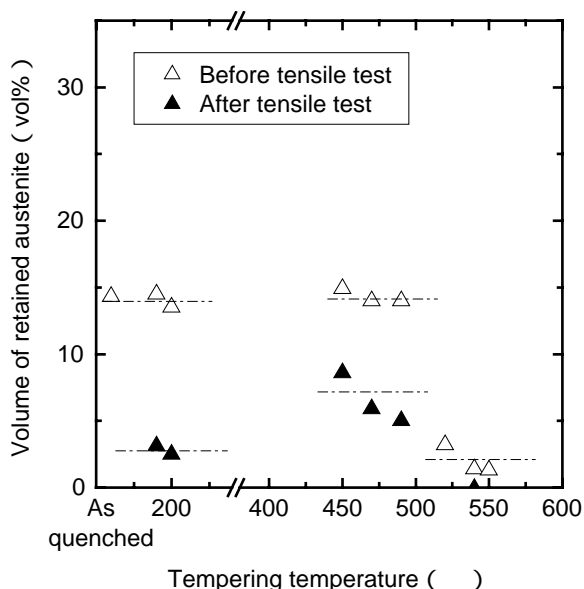


Fig.6. Volume of retained austenite after tensile test.

また、180 および470 焼戻材での引張試験中における  $\gamma_R$  量の変化をTable3に示す。470 焼戻材の  $\gamma_R$  量は、試験初期ではほとんど減少しないのに対し、180 焼戻材では、試験初期から徐々に減少することが明らかとなった。

これらの結果から、引張強度特性に及ぼす  $\gamma_R$  の影響としては、1)  $\gamma_R$  の存在は0.2%耐力を低下させる、2)  $\gamma_R$  の  $\alpha'$  への変態量が多いほど引張強さは向上する、といえる。また、引張試験時における歪誘起変態に対する  $\gamma_R$  の安定度は、焼戻温度によって異なり、470 近傍の焼戻温度域では  $\gamma_R$  がより安定化していると考えられるが、破断伸びが異なっているため断定できない。しかし、Fig.5で示したように  $\gamma_R$  中のC量は明らかに多く、より安定化していると推察される。

### 3・3 $\gamma_R$ の安定化に及ぼす焼戻温度の影響

引張試験の結果から、静的な応力負荷に対する  $\gamma_R$  の安定度は、焼戻温度によって異なり、結果として引張強度特性に影響を及ぼすことが明らかとなった。歪誘起変態に対する  $\gamma_R$  の安定化は、焼戻しによる安定化現象と密接な関係があることが報告されている<sup>11)</sup>。本研究においても、同様な関係があることが推察される。そこで、本項では、 $\gamma_R$  の安定化に及ぼす焼戻温度の影響について考察を行った。

一般的に、焼戻しによる  $\gamma_R$  の安定化は、 $\alpha'$  変態の核生成場所として働く粒界や転位などへの侵入型合金元素の固着、 $\gamma_R$  の周囲が硬化することによる  $\alpha'$  変態の抑制、侵入型および置換型元素の固溶によるMs点の低下、固溶強化による化学的安定化などによるものであり<sup>12)</sup>、特に侵入型合金元素であるC、Nは  $\gamma_R$  の安定化に重要な働きをすることが知られている<sup>13)</sup>。

高橋ら<sup>14)</sup>は、マルテンサイト変態のkineticsを応力で扱ったモデルを提唱しており、 $\gamma_R$  の加工に対する安定性は、 $\gamma_R$  中のC量が多いほど高く、マルテンサイト変態に必要な機械的駆動力が大きくなるとしている。

各焼戻材において、 $\gamma_R$  中のC量を定量化することは現在の所、困難であるが、先述のEDS分析結果から、470 焼戻材における  $\gamma_R$  中のC量は、180 焼戻材よりも多く、 $\gamma_R$  の安定化に寄与することが示唆されている。他方、 $\gamma$  の格子定数はCとNの固溶量に大きく影響され、Cr、Mo、Vなどの影響は小さいことが知られていることから<sup>15)</sup>、X線回折における  $\gamma$  回折ピークを用い、 $\gamma_R$  の格子定数変化を調査した。

Fig.7に  $\gamma_R$  の格子定数と焼戻温度の関係を示す。焼戻温度が400 以下の場合と比べて、450、470 および490 焼戻材における  $\gamma_R$  の格子定数は大きく、 $\gamma_R$  が大幅に減少する520 では、再び低下する傾向を示した。180 および470 焼戻材の  $\gamma_R$  の格子定数は、それぞれ0.3592nm、0.3607nmであり、470 焼戻材の方が180 焼戻材よりも大きくなっていた。これらの結果は、渡辺ら<sup>16)</sup>が1.2C - 17Cr系の冷間工具鋼において報告している結果と同様の傾向を示している。つまり、400 ~ 500 焼戻温度域では、焼戻しにともなう  $\alpha'$  母相からのCの排出または炭化物の再溶解にともない、過飽和なCが  $\gamma_R$  へ拡散し、濃化することによって、 $\gamma_R$  の格子定数が高められると考えられる。 $\gamma_R$  中に固溶するC%と  $\gamma_R$  の格子定数aは、 $a = 3.555 + 0.044 \times \text{C\%}$  の関係<sup>17)</sup>にあるこ

Table3. Variation of volume of retained austenite during tensile test.

Tempering temp. (°C)	Initial $\gamma_R$ (vol%)	Strain:1% $\gamma_R$ (vol%)	Strain:2% $\gamma_R$ (vol%)	Strain:3% $\gamma_R$ (vol%)	After fracture $\gamma_R$ (vol%)
180	14.5	9.9	6.4	4.9	3.1
470	14.0	12.3	11.0	-	5.9

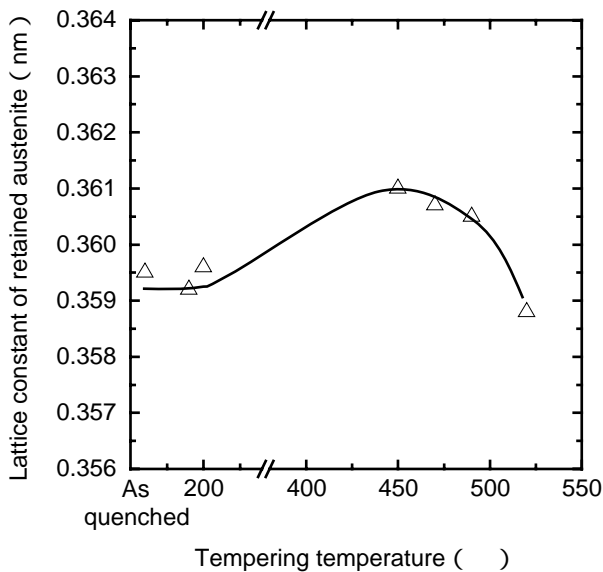


Fig. 7. Variations in lattice constant of retained austenite.

とが知られており、470 焼戻材の  $\gamma_R$  中には、180 焼戻材よりも炭素は約0.2%多く濃化していると推察される。

以上の結果から、470 焼戻材中の  $\gamma_R$  は、180 焼戻材よりも格子定数が大きく、 $\gamma_R$  中のC濃度が高いことにより、安定性が増していると考えられ、また、 $\gamma_R$  の安定性が高いほど、歪誘起変態に対する抵抗力も大きくなっていると考えられる。

### 3・4 窒化材のマイクロ組織

Fig. 8に窒化材表面近傍におけるビッカース硬さ分布を示す。各試験片の表面硬化深さはともに約100  $\mu\text{m}$ であり、50  $\mu\text{m}$ 深さまでは硬化が顕著であった。また、最表面における硬さは、各試験片ともに同程度であった。窒化による強化機構は、析出窒化物の体積率の平方根に比例して強度上昇することを松本ら<sup>18)</sup>が明らかにしていることから、いずれの焼戻材においても窒化物の析出量に顕著な差はなかったと考えられる。なお、520 窒化材の母材硬さが他の窒化材よりも若干高いのは、先述のように二次硬化のピークが520 にあるためである。また、窒化処理による母材硬さの低下は生じていなかった。

次に、Fig. 9に470 窒化材の薄膜X線分析結果の一例を示す。最表面では、母材組織の  $\alpha$ -Feと  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N、 $\gamma$ -Fe<sub>4</sub>NおよびCrNが認められた。10  $\mu\text{m}$ 深さ以上の拡散層中にはCrN以外の窒素化合物は認められないが、 $\gamma_R$ からの回折ピークが明瞭になっている。別途行った断面SEM観察においても、最表面には化合物層が観察されたが、その厚みは数  $\mu\text{m}$ 程度であり、X線回折測定の高精度さを裏付けている。最表面では窒化物からの回折強度が相対的に大きく、また母相のひずみの影響により、 $\gamma_R$ からの回折ピークは拡がり確認し難いが、試験片内部と同程度に  $\gamma_R$ は存

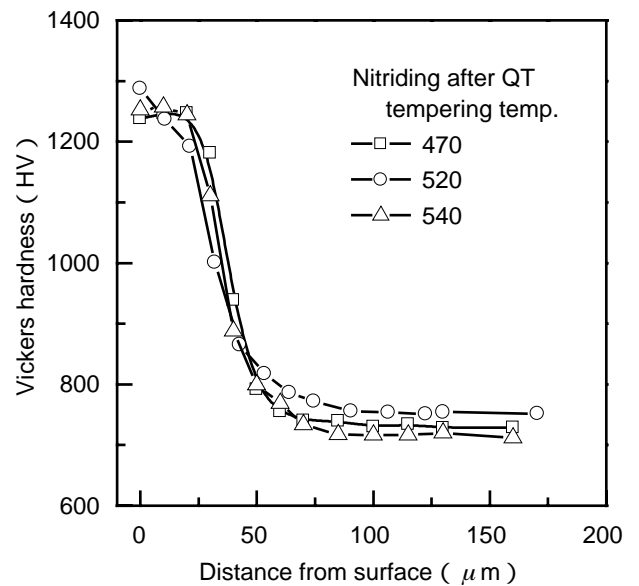


Fig. 8. Vickers hardness distribution in nitrated specimens.

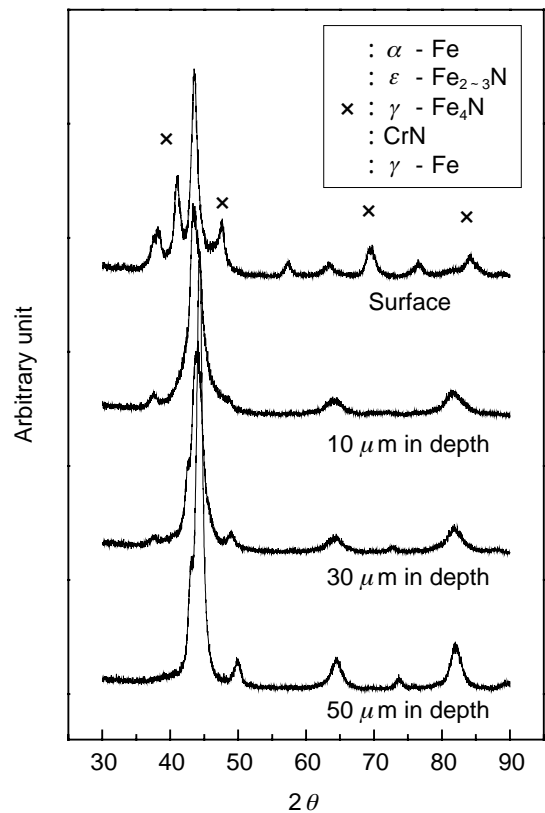


Fig. 9. X-ray diffraction pattern for specimen tempered at 470 .

在していると考えられる。

また、試料の表面からの深さによって、回折ピークの形態に変化が認められた。Fig. 10に470 焼戻材の(200)  $\alpha$  および(200)  $\gamma$  の半価幅およびピーク回折角度の変化を示す。 $\alpha$  相については試料表面近傍ほど回折ピークは低

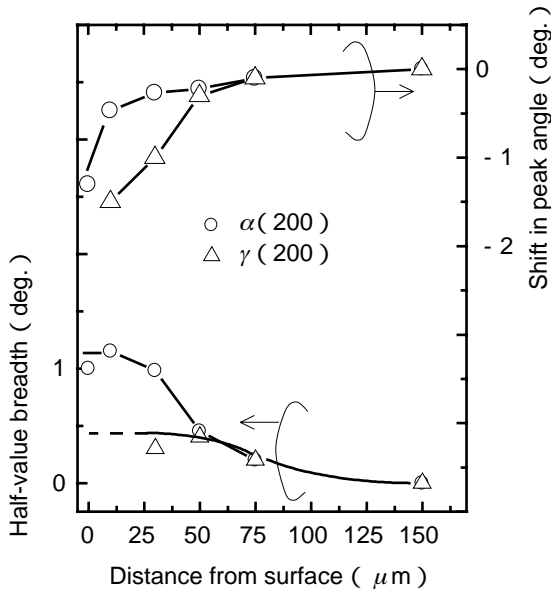


Fig.10. Change of half-value breadth and shift in peak angle of  $\alpha(200)$  and  $\gamma(200)$  with increasing of distance from the surface for nitrated specimen after tempering at 470 .

角度側にシフトし、半価幅も広くなる傾向が認められる。これは表面近傍ほど、Nの固溶および窒素化合物の生成により膨張し、ひずみが発生していることを反映していると考えられる。 $\gamma$ 相も同様の傾向を示していることからN固溶により相の安定度がさらに増していると推察できる。また、Fig.8の結果も考慮すると、窒化の影響は、約100  $\mu$ mの深さにまで及んでいることが分かった。

Fig.11に窒化した試験片表面近傍での $\alpha$ 相のX線残留応力測定結果を示す。窒化層には圧縮の残留応力が生じており、その最大は表面で約1200MPaであった。また、圧縮残留応力の存在する範囲は、窒化層より深い内部まで広がっているが、残留応力の変化が深さ方向の距離に対して急な範囲は、表面から約100  $\mu$ m深さまでであり、窒化の影響は硬さ分布およびX線回折結果と符合するものである。

3・5 回転曲げ疲労特性

Fig.12に窒化材およびQT材のS-N線図を示す。まずQT材について見ると、470 焼戻材の疲労寿命は、低応力振幅側において他の焼戻材と比べて若干長くなった。また、520 および540 焼戻材については、硬さが高い520 焼戻材の方が、540 焼戻材よりも疲労強度は高くなる傾向を示した。

一方、窒化材では、各試験片ともに、高応力振幅側(1300MPa前後)での疲労寿命は、それぞれのQT材よりも約5倍向上したが、低応力振幅側(800MPa前後)では、QT材との差が縮まる傾向を示した。窒化材の中では470 窒化材の疲労寿命が最も長く、520 および540 窒化材はほぼ同等であった。低応力振幅側では、470 窒化材の疲労寿命が他の窒化材よりも約3~5倍長

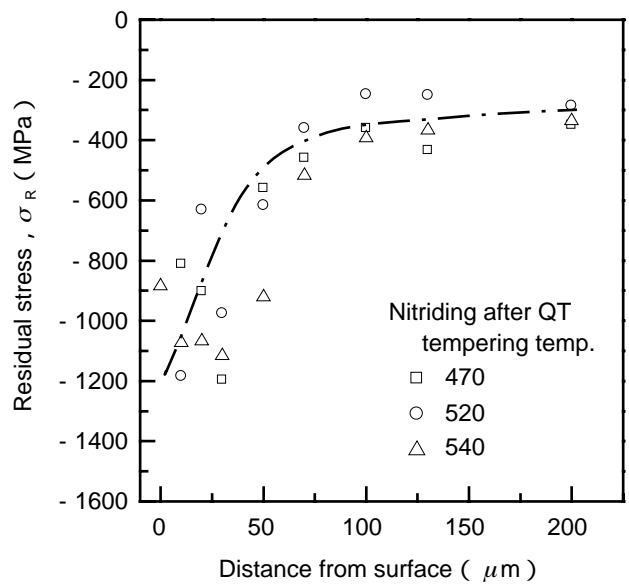


Fig.11. Relationship between residual stress and distance from surface in nitrated specimens.

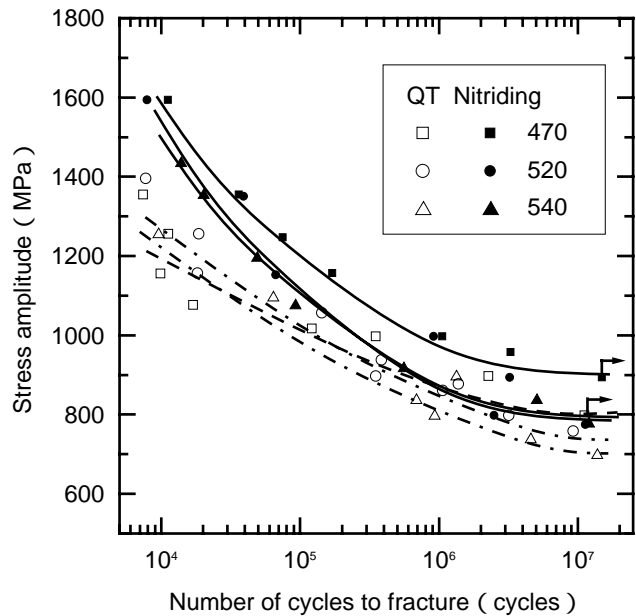


Fig.12. S - N curves.

くなっているのが特徴的である。

3・6 疲労破面観察

疲労特性に及ぼす焼戻温度および窒化の影響を検討するため、SEMを用いて疲労破面観察を行った。Fig.13に典型的な疲労破面を示すが、疲労破面は3つのタイプに分類される。Fig.13 (a)は、試験片表面またはその近傍が破壊起点になるタイプであり、大半のQT材において観察された。次に、Fig.13 (b)は、破壊起点が内部へ移行したタイプであり、大半の窒化材において観察された。このタイプでは、平坦なフィッシュアイが観察される。また、ほとんどの試験片では、フィッシュアイの外側の広い範囲に

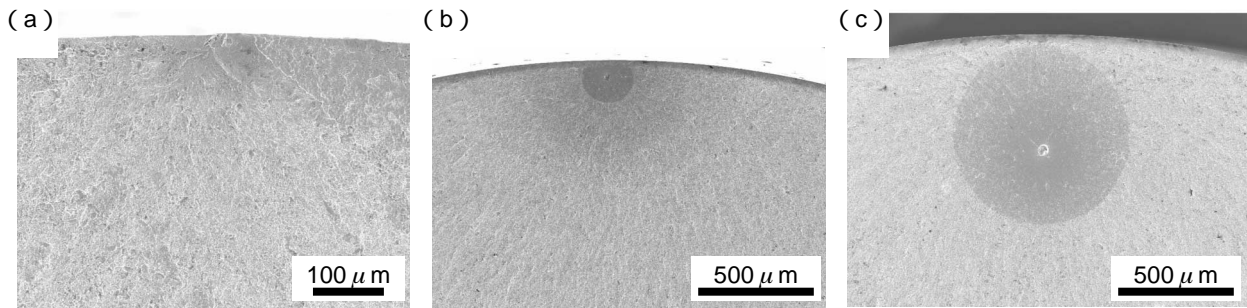


Fig.13. Fatigue fracture surface.

- (a) Tempering at 470 °C :  $\sigma_a = 1075 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 1.72 \times 10^4$  cycles  
 (b) Nitriding after tempering at 470 °C :  $\sigma_a = 950 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 3.31 \times 10^6$  cycles  
 (c) Nitriding after tempering at 520 °C :  $\sigma_a = 900 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 3.26 \times 10^6$  cycles

において、疲労試験中にき裂が進展したと考えられる領域（サムネイル部）が観察された。これは、フィッシュアイ外縁の一部が表面に達して、そこからは大気雰囲気下で亀裂が扇状に成長しサムネイル模様を形成後、不安定破壊に至ったと考えられる。そのため同じ疲労破壊面でもフィッシュアイ部と半だ円形き裂部では肉眼的にかなり異なって見える<sup>19)</sup>。最後に、Fig.13 (c) は、破壊起点がさらに内部へ移行し、フィッシュアイ形成後すぐに最終破壊を生じるタイプである。このタイプは、高サイクル側でごく僅かに観察されただけであった。

### 3・7 破面解析

Fig.14に破壊起点位置と応力振幅の関係を示す。窒化材およびQT材の間では、破壊起点位置に違いが見られるが、両材ともに焼戻温度の影響は認められない。QT材の場合、高応力側において破壊起点のほとんどが試験片表面または極表面近傍に存在しているが、低応力側では、破壊起点が試験片内部へ移っていく傾向が認められる。応力振幅の低下にともない、破壊起点が表面から内部破壊に移行するのは、粗大な炭化物が表面よりも体積の多い内部に存在する確率が高いためと考えられる。つまり、高応力側では、表面の小さい炭化物が割れることにより、疲労き裂は成長し破断に至るが、低応力側では、たとえ表面に微小なき裂ができて、負荷応力が低いので、その応力拡大係数は低く、下限応力拡大係数以下が多いと考えられる。したがって、粗大炭化物が多い内部でき裂が発生し成長する可能性が高い。一方、窒化材の破壊起点は、負荷応力に関係なく各試験片ともに表面から50  $\mu\text{m}$ 以上離れた箇所位置している。これは窒化により材料表面が硬化していること、および表面に圧縮残留応力が生じていることに起因すると考えられる<sup>20)</sup>。

Fig.15に破壊起点部に存在する炭化物および酸化系介在物の円相当径と応力振幅の関係を示す。高応力側では10  $\mu\text{m}$ 前後の炭化物あるいは介在物が起点になるが、低応力側ほど起点サイズは大きくなる傾向にあり、いくつか

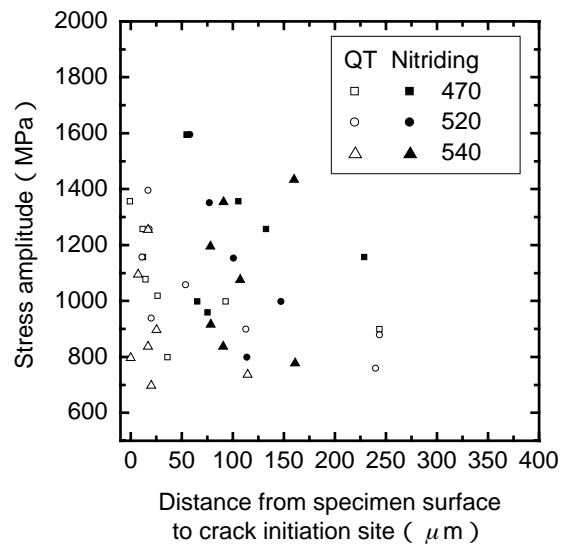


Fig.14. Relationship between distance from specimen surface to crack initiation site and stress amplitude.

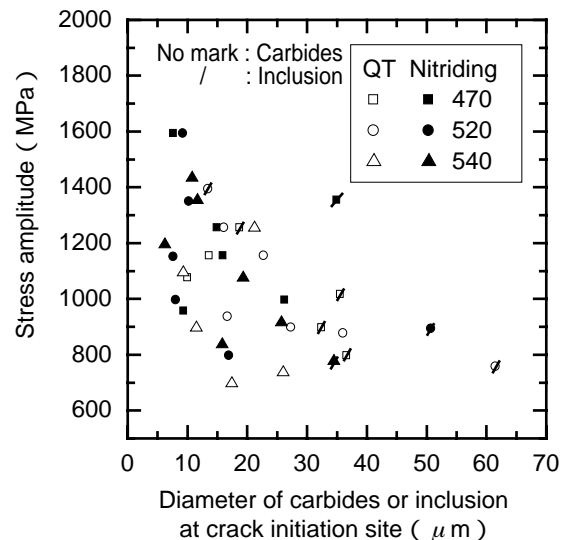


Fig.15 Relationship between stress amplitude and diameter of carbides or inclusion at crack initiation site.



の炭化物が密集した数十  $\mu\text{m}$  の大きさの起点も認められた。このように窒化材およびQT材ともに両者の間には相関性は弱いながら逆比例の関係を見出すことができる。しかし、焼戻温度の影響はほとんどないようである。また、炭化物起点寸法は、介在物起点の場合よりも小さい傾向があることがわかった。

次に、き裂発生起点の大きさから、村上ら<sup>21)</sup>による次式によって下限界応力拡大係数範囲  $\Delta K_{fth}$  を求めた。

表面き裂発生起点に対して、  

$$\Delta K_{fth} = 0.65 \sigma_T \sqrt{\pi \sqrt{area_{ini}}} \quad \dots (1)$$

内部き裂発生起点に対して、  

$$\Delta K_{fth} = 0.5 \sigma_T \sqrt{\pi \sqrt{area_{ini}}} \quad \dots (2)$$

ただし、 $\sigma_T$ ：破壊起点部の応力  
 $\sqrt{area_{ini}}$ ：破壊起点部の主き裂伝播面への投影面積

Table4に算出した  $\Delta K_{fth}$  の平均値をまとめた。 $\Delta K_{fth}$  は各試験片ともに疲労寿命に拘わらずほぼ一定であり、その平均値はほぼ同程度であった。また、焼戻温度および窒化の影響はほとんど認められなかった。

次に、最終破断直前まで進展したサムネイル寸法から求めた臨界応力拡大係数範囲  $\Delta K_f$  の平均値を  $N_f = 10^6$  サイクル以上の結果について、Table4に示した。なお、 $\Delta K_f$  は次式を用いて算出した<sup>22)</sup>。

$$\Delta K_f = \sigma_T \sqrt{\pi \beta F_I} \quad \dots (3)$$

ここで、 $F_I = F_{IV} \frac{F_{II}}{F_{III}}$

$$F = 1.121 - 1.199 \lambda + 4.775 \lambda^2 - 1.628 \lambda^3 - 7.035 \lambda^4 + 13.27 \lambda^5$$

$$F = 1.12 - 0.231 \lambda + 10.55 \lambda^2 - 21.72 \lambda^3 + 30.39 \lambda^4$$

$$F = (1.122 - 0.230 \beta - 0.901 \beta^2 + 0.949 \beta^3 - 0.280 \beta^4) \times (1.0 + 0.157 \lambda - 0.634 \lambda^2 + 4.590 \lambda^3 - 6.628 \lambda^4)$$

ただし、 $\lambda = a/d$      $\beta = b/a$      $a$ ：サムネイル幅  
 $b$ ：サムネイル深さ     $d$ ：試験片直径

一般的に、冷間工具鋼では硬さが高いほど  $K_{Ic}$  ( $\equiv \Delta K_{Ic}$ ) が低くなることが知られているように、QT材では、硬度が最も高い520 焼戻材の  $\Delta K_{Ic}$  が最も低くなっている。また、470 および540 焼戻材の  $\Delta K_{Ic}$  はほぼ同程度となった。窒化材においては、窒化前の焼戻温度の影響はほとんど認められなかった。

次に、470 窒化材の疲労寿命が最も長くなった要因について検討を行った。これまでの検討の結果、QT材および窒化材ともに、1)  $\Delta K_{fth}$  に及ぼす焼戻温度の影響は小さい、2)  $\Delta K_f$  はほぼ同程度である、ことが明らかとなった。また、これまでに別途行った疲労き裂進展挙動について、き裂伝播速度は焼戻温度によってほとんど変化しないことを明らかにしており<sup>23)</sup>、き裂伝播開始から寿命に至るまで、試験片間の差はほとんど無いといえる。したがって、疲労寿命の差は、き裂が発生するまでの寿命、つまり、炭化物が割れる、あるいは非金属介在物が剥離して、疲労き裂となるまでの期間の差に起因すると考えられる。この点について、筆者らは、これまでに  $\gamma_R$  が破壊起点となる炭化物への応力集中を緩和し、炭化物の割れ発生を抑制することを明らかにしてきており、本研究においても、同様の理由により、寿命が向上したことが推察される。

すなわち、 $\gamma_R$  は  $\Delta K_{fth}$  の向上およびき裂伝播抵抗に寄与するのではなく、き裂の発生自体を遅延させることにより、疲労寿命の向上に寄与することが考えられるが、同量の  $\gamma_R$  を含むQT材では窒化材ほど顕著な寿命向上は認められない。

そこで、さらに470 窒化材の破壊起点部（フィッシュアイ部）において、細束X線測定を行い、 $\gamma_R$  の残存状態について検討した。また、比較のため、QT材についても測定を行った。その結果の一例をFig.16に示す。QT材では、ほとんどの試験片で  $\gamma$  相からの回折ピークは認められず、 $\gamma_R$  は加工誘起変態を起こしていることがわかった。一方、470 窒化材では、全ての破壊起点において  $\gamma_R$  が確認された。つまり、低  $\Delta K$  に相当するフィッシュアイ中心部においてのみ  $\gamma_R$  が認められるのは、窒化によって内部へ拡散した窒素が  $\gamma_R$  に多く固溶し、加工に対する相の安定性が増したため、QT材よりも  $\gamma_R$  が多く残存したと考えられる。

したがって、470 窒化材の疲労寿命が大幅に改善されたのは、窒化による表面硬化と圧縮残留応力の発生により表面近傍でのき裂発生が抑制されたことに加えて、炭化物

Table4. Calculated mean value of  $\Delta K_{fth}$  and  $\Delta K_f$ .

	QT			Nitriding		
	470	520	540	470	520	540
Tempering temp. ( )	470	520	540	470	520	540
$\Delta K_{fth}$ (MPa $\sqrt{m}$ )	4.1	4.3	3.8	4.2	3.7	4.4
$\Delta K_f$ (MPa $\sqrt{m}$ )	22	17	20	22	21	22



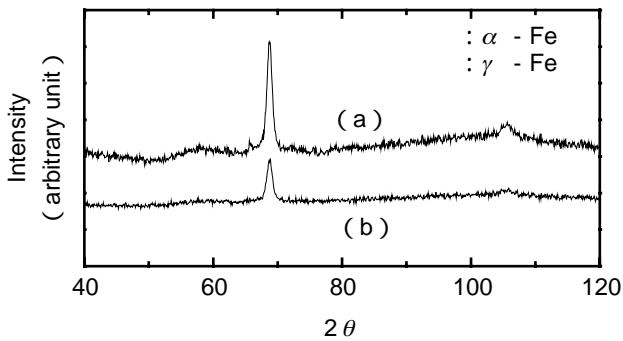


Fig.16. X-ray micro beam diffraction pattern on the fracture surface.

- (a) Nitriding after tempering at 470 °C :  
 $\sigma_a = 995 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 1.07 \times 10^6$  cycles  
 (b) Tempering at 470 °C :  $\sigma_a = 900 \text{ MPa}$ ,  
 $N_f = 2.30 \times 10^6$  cycles

の周りに存在する  $\gamma_R$  相が窒素によって、より安定化し、破壊起点となる炭化物への応力集中を緩和し、炭化物の割れ発生を抑制したことも原因の一つとして考えられる。

以上の結果から、冷間工具鋼の疲労特性は、窒化と  $\gamma_R$  を有効に組み合わせることにより、大幅に改善されることが明らかとなった。

#### 4. 結言

8%Cr系冷間工具鋼QCM8を用い、回転曲げ疲労特性に及ぼす  $\gamma_R$  および窒化の影響を検討し、以下の知見を得た。

- (1)  $\gamma_R$  は数百nmのブロック状で、比較的炭化物周辺に多く存在していた。焼戻温度によって  $\gamma_R$  の安定度は異なり、特に470 °C 焼戻材では、歪誘起変態に対する  $\gamma_R$  の安定性が高いことが明らかとなった。
- (2) 回転曲げ疲労試験を行った結果、低応力振幅側において、QT材では、 $\gamma_R$  を含む470 °C 焼戻材の疲労寿命が、520 °C および540 °C 焼戻材よりも若干長くなった。
- (3) 窒化材の疲労寿命は、それぞれQT材よりも向上した。特に高応力振幅側での向上が顕著であり、窒化材の疲労寿命は、QT材に比べ約5倍向上を示した。
- (4) QT材の破壊起点は、主に表面あるいは表面近傍であったのに対し、窒化材では、応力振幅の大きさに拘わらず、表面から約50  $\mu\text{m}$ 以上内側であった。これは、窒化により材料表面が強化されること、および表面近傍に大きな圧縮残留応力が生じていることに起因すると考えられる。
- (5) 窒化材において、470 °C 焼戻材の疲労寿命が最も長くなった。これは窒素固溶によって化学的により安定した  $\gamma_R$  が、破壊起点となる炭化物への応力集中を緩和し、炭化物の割れ発生を抑制したためと推察される。

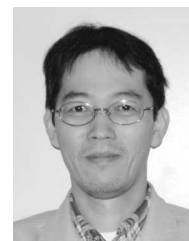
#### 文献

- 1) M.Knoerr, K.Lange and T.Atlan : J.Mat.Proc.Techn., 46 ( 1994 ), 57.
- 2) T.Muramatsu and Y.Natsume : J.Jpn.Soc.Technol. Plast. , 12 ( 1979 ), 957.
- 3) K.Fukaura, Y.Yokoyama, D.Yokoi, N.Tsujii and K.Ono : Metallurgical and Materials Transactions, in press.
- 4) D.Yokoi, N.Tsujii and K.Fukaura : Mater.Sci.Res.Int., 9 ( 2003 ), 216.
- 5) K.Sudo : Netsu Shori, 32 ( 1992 ), 33.
- 6) T.Nishimura and Y.Niiyama : Netsu Shori, 18 ( 1978 ), 236.
- 7) Y.Matsuda and K.Sudo : Denki Seiko, 64 ( 1993 ), 140.
- 8) 田村今男 : 鉄鋼材料強度学, 日刊工業新聞社, 東京, ( 1969 ), 51.
- 9) X線回折の手引改訂4版, 理学電機(株)編, 東京, ( 1991 ), 58.
- 10) K.Fukaura, H.Sunada, Y.Yokoyama, K.Teramoto, D.Yokoi and N.Tsujii : Tetsu-to-Hagane, 84 ( 1998 ), 230.
- 11) Y.Imai and S.Kumagai : J.Soc.Mater.Sci.,Jpn., 20 ( 1970 ), 1285.
- 12) K.Tsuzaki and T.Maki : Netsu Shori, 32 ( 1992 ), 10.
- 13) 伊丹淳, 潮田浩作 : 鉄鋼の高強度化と信頼性向上, 日本鉄鋼協会編, 東京, ( 1997 ), 98.
- 14) M.Takahashi and S.Hiwatashi : CAMP-ISIJ, 6 ( 1993 ), 755.
- 15) 稔野宗次 : 鉄鋼における変態と析出, 日本金属学会編, 仙台, ( 1969 ), 160.
- 16) Y.Watanabe, K.Sufgimoto, I.Miwa and M.Nishizawa : Tetsu-to-Hagane, 86 ( 2000 ), 761.
- 17) B.D.Cullity : Element of X-ray Diffraction, 2<sup>nd</sup> ed., Addison-Wesley, Pub. Co. Inc., Massachusetts, ( 1978 ), 508.
- 18) H.Matsumoto : J. Jpn. Inst. Met. 101 ( 1987 ), 489.
- 19) Y.Murakami, T.Ueda and T.Nomoto : Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. , A-66, ( 2000 ), 311.
- 20) K.Shiozawa, T.Ohtani, S.Nishino, M.Okane and S.Kawamura : Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. , A-64, ( 1998 ), 3050.
- 21) Y.Murakami, S.Kodama and S.Konuma : Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. , A-54, ( 1988 ), 688.
- 22) 応力拡大係数ハンドブック : 日本材料学会編, 東京, ( 1986 ), 657.
- 23) D.Yokoi, N.Tsujii and K.Fukaura : Mater.Sci. Res.Int., 9 ( 2003 ), 216.

#### 著者



横井 大円



春名 靖志