

技術資料

Technical Data

ボロン添加鋼の曲げ疲労強度におよぼす 浸炭窒化処理の影響

林 幸宏*¹, 辻井健太*², 山崎歩見*¹, 田中優樹*³

Influence of Carbonitriding on Bending Fatigue Strength of Boron Added Steel

Yukihiro HAYASHI, Kenta TSUJII, Ayumi YAMAZAKI and Yuuki TANAKA

Synopsis

The influence of carbonitriding on bending fatigue strength of B-added steel was studied. In the carbonitriding specimen of low Cr and B-added steel, hardness equivalent to the carburizing specimen can be obtained by the solid solution strength effect of nitrogen. A carbonitriding specimen of low Cr and B-added steel can suppress abnormal surface layer more than a carburizing specimen can. Fatigue limit in the rotating bending fatigue test of the carbonitriding specimen of low Cr and B-added steel is improved compared with the carburizing specimen. It is inferred that the reason for above effect is that B becomes oxide during gas carburizing and carbonitriding, and soluble B does not exist on the surface, and it was possible to obtain solid solution strengthening and hardenability improvement effect by nitrogen. It was confirmed that the combination of low Cr, B-added steel and carbonitriding treatment was a technique that could achieve high bending fatigue strength, which was a problem of carbonitriding material.

1. 緒 言

近年、自動車の電動化および駆動モータの高周速化に伴い、歯車への負荷は一層厳しくなっている。歯車の損傷形態は歯元折損と歯面剥離損傷に大きく分けられるが、高周速で回転する歯車では歯面への負荷がより大きく、歯面損傷を抑制する技術（耐ピッチング性、耐摩耗性を向上させる技術）がより重要となってくる。

表面硬化熱処理の一つであるガス浸炭窒化処理（以下、浸炭窒化処理という）は鋼材表層に炭素（以下、Cという）と同時に窒素（以下、Nという）を導入する熱処理手法である。Cのみを導入する浸炭処理と比較し、

浸炭窒化処理はNを同時に導入することにより、焼入れ性や焼戻し軟化抵抗性を向上させ、面疲労強度を大きく向上させる効果が知られている^{1)~3)}。一方、歯車に浸炭窒化処理を適用する際の課題として、曲げ疲労強度が挙げられる。例えば、JIS-SCr420をはじめとするCr添加鋼では、浸炭窒化処理により旧オーステナイト(γ)粒界にCr窒化物が析出し、粒界近傍のCr、Nの欠乏により不完全焼入れ組織が形成され、曲げ疲労強度が悪化することが報告されている⁴⁾。このため、浸炭窒化処理において曲げ疲労強度の悪化を抑制するには、Cr添加量を低減しCr窒化物を抑制することが有効と考えられるが、この場合はCr低減による焼入れ性を補完するこ

2021年4月21日 受付

* 1 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

* 2 大同特殊鋼(株)知多工場 (Chita Plant, Daido Steel Co., Ltd.)

* 3 大同特殊鋼(株)技術開発研究所, 工博 (Dr. Eng., Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

とが必要となる。

ボロン（以下、Bという）は微量添加で焼入れ性を大きく向上することが可能で、浸炭用鋼においてもMnやMoなどの省合金化が図れ、冷鍛性などの製造性向上にも有効な元素として用いられる⁵⁾。この浸炭用鋼におけるBの効果は、高Cとなる浸炭層ではB-constituentの析出のため、その効果は小さく、実際は非浸炭層域に限られる⁶⁾が、上述した低Cr鋼を浸炭窒化処理する際の焼入れ性を補完する方法としても、B添加は有効であると考えられる。一方で、B添加鋼に固溶Nが存在するとB窒化物が生成するという報告もあり⁷⁾、B窒化物析出により疲労強度が悪化する可能性がある。このようにB添加鋼に浸炭窒化処理を実施した場合、その強度特性には組織、窒化物などの複数要素が同時に影響し合うが、これらについて調査した研究事例は少ない。

そこで、本研究ではB添加鋼に浸炭処理、浸炭窒化処理を行い、表層におけるB存在挙動に注目し、B添加鋼の疲労強度におよぼす浸炭窒化処理の影響を調査した。

2. 実験方法

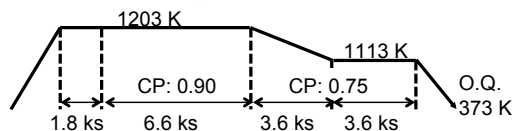
2. 1 供試材

本研究の調査に用いた2鋼種の供試材成分をTable 1に示す。一つは浸炭窒化処理時の窒化物生成を抑制するため、窒化物形成元素であるCrを低減し、Bを添加した鋼（以下、B添加鋼という）である。比較鋼として、JIS SCr420H（以下、SCr420Hという）を用いた。なお、B添加鋼については、鋼中の固溶NとのB窒化物の生成を抑制するため、微量のTiを添加し、TiN生成により固溶Nの低減を図っている。供試材は150 kgの真空高周波誘導炉で溶製し、得られた鋼塊を熱間鍛造によってφ22 mmの棒鋼に鍛伸した。この棒鋼に1223 Kの焼きなまし処理を施した後、機械加工によって環状切欠き付（応力集中係数： $K_t=1.84$ ）疲労試験片に粗加工した。続いて、Fig. 1に示す条件でガス浸炭処理、ガス浸炭窒化処理を実施後、433 K × 7.2 ksの焼戻し処理を行った。浸炭処理と浸炭窒化処理で同じ表層C量にすると、Nを導入する浸炭窒化処理材の残留γ量が多くなり、表層硬さが低下する。従って、浸炭処理、浸炭窒化処理材で同等の表層硬さにするため、浸炭窒化処理におけるNH₃導入時の設定カーボンポテンシャルCPは、浸炭処理対比低くした。その後、熱処理で生じた曲がりを修正するため、非試験部である掴み部の仕上げ加工を行い、Fig. 2に示す環状切欠き付疲労試験片を作製した。

Table 1. Chemical composition of materials (mass%).

Material	C	Si	Mn	Cr	Mo	B	N	Ti
SCr420H	0.20	0.25	0.84	1.24	<0.01	—	0.012	—
Boron added steel	0.18	0.05	1.08	0.5	0.15	0.0018	0.006	add

(a) Gas carburizing



(b) Gas carbonitriding

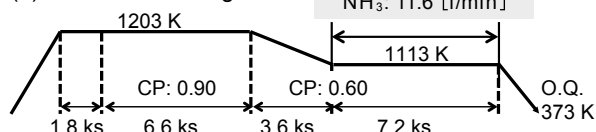


Fig. 1. Condition of (a) gas carburizing (b) gas carbonitriding.

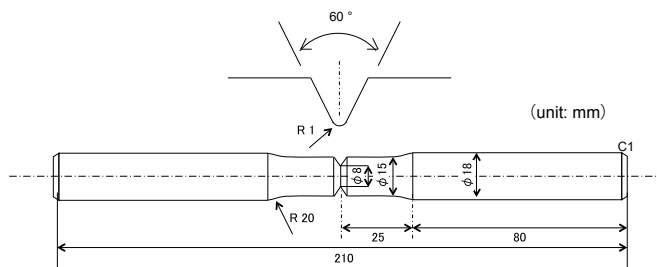


Fig. 2. Shape of fatigue bending specimen.

2. 2 試験片の内質調査

浸炭処理、浸炭窒化処理後試験片の切欠き底を縦断方向に切断し、切断面を調査面とし、鏡面研磨を実施した。その後、走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて、ナイタル腐食前後の切欠き底表層の観察を行った。また、切欠き部断面の硬さ分布はマイクロピカース硬さ試験機を用い、測定荷重 2.94 N で測定した。浸炭処理、浸炭窒化処理後の C、N 濃度分布は電子線マイクロアナライザ（EPMA）を用いて測定を実施した。浸炭処理、浸炭窒化処理後の表層からの B 濃度分布を調べるため、B 添加鋼と同じ組成の φ25 × 5 mmL の試験片を同バッチで浸炭処理、浸炭窒化処理し、各熱処理後の試験片に対してグロー放電発光分析法（GD-OES）を実施した。加えて、飛行時間型二次イオン質量分析法（TOF-SIMS）により、B 濃度分布を調査した。残留応力、残留γの測定は、特性 X 線 CrKα 線を用い、X 線照射面積を 1.00 mm、測定方向を試験片の長手方向とした。

2. 3 回転曲げ疲労試験

曲げ疲労試験は小野式回転曲げ疲労試験を用い、室温

で、最大応力振幅 (σ_{max}) 制御、応力比 (最小応力 / 最大応力) $R = -1$ 、回転数 3600 rpm にて疲労限度を求めた。

3. 結果

3. 1 C, N濃度分布, 硬さ分布

Fig. 3 に各試験片の浸炭処理、浸炭窒化処理後の C, N 濃度分布を示す。各鋼種の浸炭材は同等の C 濃度分布が得られている。また、各鋼種の浸炭窒化材では、設定 CP を低くしたことから表層近傍の C 濃度は浸炭材対比低位であるが、N 濃度は各鋼種同等の約 0.5 mass% となっている。各試験片の熱処理後硬さ分布を Fig. 4 に示す。SCr420H 浸炭材、浸炭窒化材と比較すると、浸炭窒化材の表層硬さが著しく低下していた。一方で、B 添加鋼浸炭材、浸炭窒化材の硬さ分布は同等であることがわかる。C 濃度が低い浸炭窒化材が浸炭材の表層硬さと同等となることから、C に加えて N の固溶強化により、浸炭窒化材の硬さが浸炭材と同等程度まで向上したと考えられる。浸炭窒化材の表層 C, N 濃度を単純に足すと約 1.0 mass% であり、浸炭材の C 濃度 0.72 mass% よりも多い。C, N 侵入量だけで比較すると、浸炭窒化材表層硬さは浸炭材よりも高くなって問題ないが、N による固溶強化量は C よりも低いこと⁸⁾や、窒化物生成により実際の固溶 N 量は減少していることや、残留 γ 量が多いことによる複合的な影響により、表層硬さは同等程度になったと考えられる。なお、有効硬化層深さ ECD、および非浸炭層の硬さについては、各部材いずれもほぼ同等の値が得られている。

各部材表層で測定した残留応力、残留 γ 量を Table 2 に示す。各部材はいずれも表層に圧縮残留応力が得られており、鋼種、熱処理による差は認められない。また、残留 γ 量は SCr420H、B 添加鋼ともに、浸炭材よりも浸炭窒化材の方が多傾向にあるが、これは C+N 量が多く M_f 点が低下したためだと考えられる。

3. 2 ミクロ組織

Fig. 5 に各鋼種の浸炭、浸炭窒化材の腐食前後の断面 SEM 観察結果を示す。腐食前組織より各部材表層には粒界酸化層が確認できる。B 添加鋼の浸炭材および浸炭窒化材、SCr420H の浸炭材および浸炭窒化材はそれぞれ粒界酸化深さはほぼ同等であることがわかる。B 添加鋼と SCr420H の浸炭材同士、浸炭窒化材同士と比較すると、粒界酸化深さは SCr420H の方が深い傾向が認められる。磯川らは、粒界酸化深さが $10Si+Mn+Cr$ で

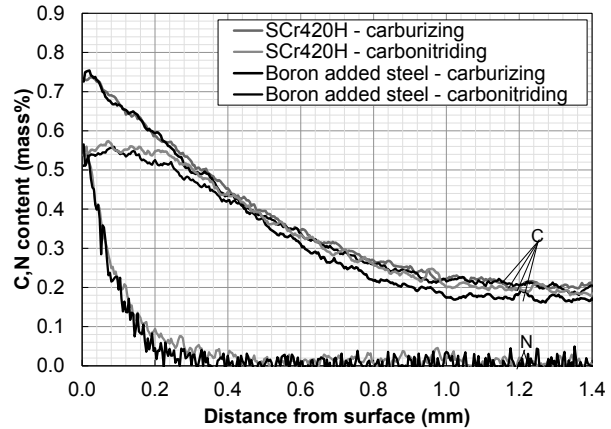


Fig. 3. Carbon and nitrogen content of specimens.

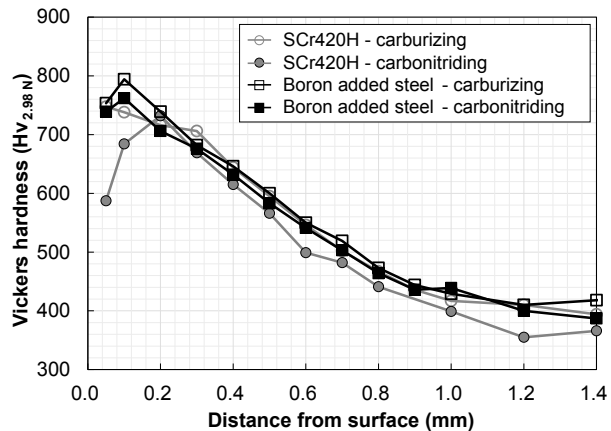


Fig. 4. Hardness distribution of specimens.

Table 2. Properties of SCr420H, Boron added steel after carburizing, and carbonitriding.

Material	SCr420H		Boron added steel	
	Carburizing	Carbonitriding	Carburizing	Carbonitriding
Heat treatment				
C content at 50 μ m (mass%)	0.72	0.54	0.72	0.56
N content at 50 μ m (mass%)	-	0.38	-	0.42
Hardness at 50 μ m (Hv 2.98 N)	747	587	753	739
Effective case depth (mm)	0.59	0.59	0.58	0.52
Residual stress at surface (MPa)	-186	-139	-188	-161
Retained austenite volume at surface (%)	12.4	33.5	13.7	21.1
Grain size number at surface	9.7	9.8	9.6	9.6

整理することができる」と報告しており⁹⁾、それに従うと10Si+Mn+Crの値がB添加鋼に比べてSCr420Hの方が大きいために粒界酸化深さが大きくなったと考えられる。

いずれの部材も腐食後組織では粒界酸化層周辺に、Si, Mn, Crなどの合金元素の欠乏に起因した、微細パーライトからなる不完全焼入れ組織¹⁰⁾が認められた。SCr420H浸炭窒化材では、粒界だけでなく、粒内においても不完全焼入れ組織が認められた。永濱らは、SCr420H浸炭窒化処理において、浸炭窒化処理中にCr窒化物が旧 γ 粒界に析出し、 γ 中の固溶Cr量減少に伴う焼入れ性低下により、粒内に不完全焼入れ組織が発生すると報告しているが²⁾、今回の結果も同様の事象により起こったと考えられる。なお、同部材の表層硬さが他よりも低位であったのは、この粒界、粒内に不完全焼入れ組織が形成されたためと考えられる。一方、B添加鋼の浸炭材と浸炭窒化材の腐食組織を比較すると、粒界酸化深さは同等であるにも関わらず、浸炭窒化材の表層不完全焼入れ層深さは浸炭材対比低減していることが分かる。これは、4.2節で後述するように、浸炭窒化処理で導入された固溶Nによる焼入れ性向上効果のためと考えられる。

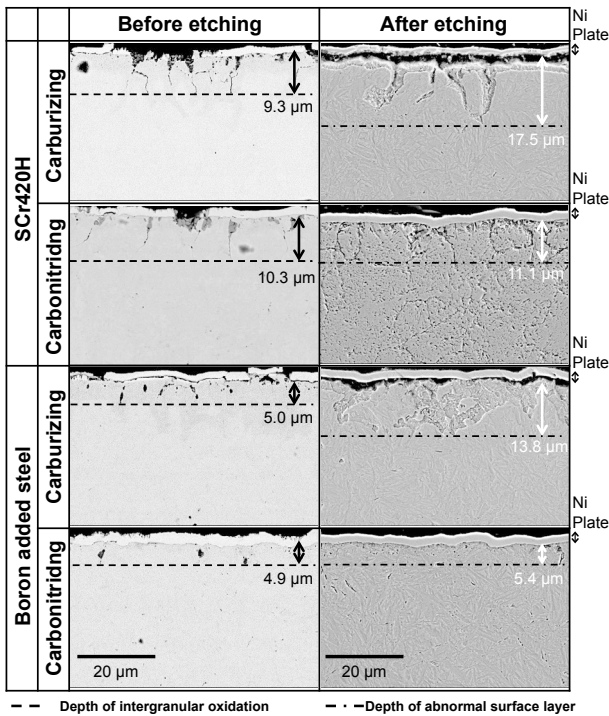


Fig. 5. SEM Images for surface microstructures (before etching, after etching).

3. 3 曲げ疲労強度

切欠回転曲げ試験片を用いた回転曲げ疲労試験結果を

Fig. 6に示す。浸炭材同士で比較すると、SCr420Hに対してB添加鋼の疲労限度は高い。また、各鋼種の浸炭材、浸炭窒化材を比較すると、SCr420H浸炭窒化材の疲労限度は浸炭材対比低下するものの、B添加鋼浸炭窒化材の疲労限度は浸炭材対比高い。B添加鋼の浸炭窒化材においては、B窒化物の形成による強度低下が懸念されたが、実際には強度は低下せず、むしろ強度は向上し、全4部材においても最も高い強度を示した。これは4.1節で後述するように、不完全焼入れ組織の形態に起因したものと考えている。なお、両鋼種の浸炭材、浸炭窒化材の破壊の起点をSEMにより観察し、起点は全て表面であり、介在物や窒化物が起点ではないことを確認している。

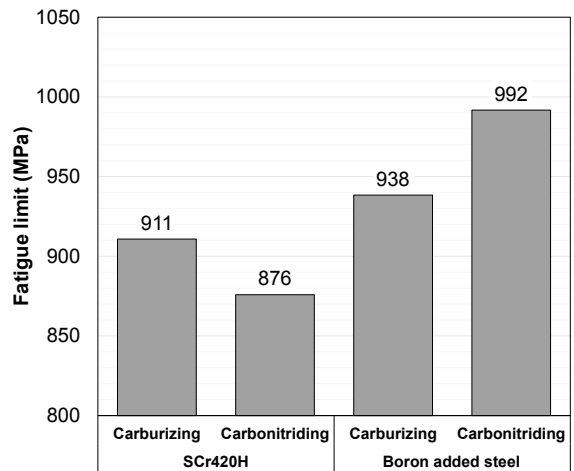


Fig. 6. Fatigue limit of rotating bending fatigue test.

4. 考 察

4. 1 疲労限度におよぼす影響因子と強度差の要因

4部材の疲労限度に差が見られた要因を考察する。一般に、疲労限度は硬さ、 $\sqrt{\text{area}}$ (area: 欠陥投影面積)、残留応力の影響を受け、Fig. 7に示す村上らの提唱する式により関係付けられる¹¹⁾。通常、 $\sqrt{\text{area}}$ は介在物などの微小欠陥に対して用いるが、本研究では、不完全焼入れ組織を微小欠陥とみなすことで、疲労限度の算出を試みた。ビッカース硬さHvには表層から50 μm での硬さを、 σ_R は表面の残留応力値を用いた。また、2000倍の倍率で撮影したSEM像より不完全焼入れ組織の幅と深さを測定し、その積から $\sqrt{\text{area}}$ を算出した。ただし、SCr420H浸炭窒化材は、母相において完全なマルテンサイト組織を得ることができておらず、不完全焼入れ組織の幅や深さの測定が困難であったため、明確にパーライトを確認できる領域を不完全焼入れ組織とした。測

定は2視野のSEM像からそれぞれ3カ所、合計6カ所で実施し、各 \sqrt{area} の平均値を村上の式に代入した。計算に用いた値と、計算および実験により求めた疲労限度をTable 3, Fig. 8に示す。Fig. 8のプロット脇の数値は各部材の \sqrt{area} を示している。Fig. 8より疲労限度の実績と村上の式による計算値は良い相関が得られていることが分かる。つまり、今回の疲労限度は、不完全焼入れ層を欠陥とした \sqrt{area} 、および表層の硬さ、残留応力の3つが主要な支配因子であることが示唆される。今回のSCr420H浸炭窒化材の疲労限度が他部材対比低位であった要因は、Table 3に示すこれら3因子の値で見ると、表層硬さが低位であったことと圧縮残留応力が小さかったことによると考察できる。一方、B添加鋼浸炭窒化材の疲労限度が最も高かったのは、 \sqrt{area} が小さかった、つまり不完全焼入れ層の深さ、幅が小さかったことによると考察できる。

$$\sigma_w = \frac{1.43(Hv + 120)}{(\sqrt{area})^{1/6}} \left[\frac{(1 - R')}{2} \right]^\alpha$$

- σ_w : Fatigue limit
- α : $0.226 + Hv \times 10^{-4}$
- \sqrt{area} : Square root of projection area of surface abnormal layer
- R' : $(\sigma_{min} + \sigma_R) / (\sigma_{max} + \sigma_R)$
- σ_R : Residual stress at surface
- σ_{max} : maximum nominal stress
- σ_{min} : minimum nominal stress
- Hv : Vickers hardness at 50 μm

$$\sqrt{area} = \sqrt{a \times b}$$

a = (Width of surface abnormal layer)
b = (Depth of surface abnormal layer)

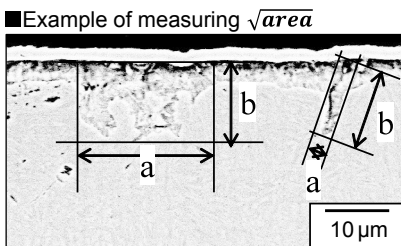


Fig. 7. Method of calculating fatigue limit.

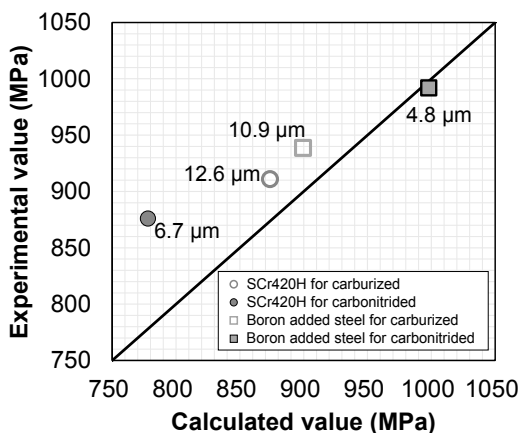


Fig. 8. Relationship of fatigue limit between calculation and experiment.

Table 3. Calculation condition and result.

Material	Heat treatment	Hardness at 50 μm Hv	σ_R MPa	\sqrt{area} μm	Calculation σ_w MPa	Experiment σ_w MPa
SCr420H	Carburizing	747	-186	12.6	874	911
	Carbonitriding	587	-139	6.7	778	876
Boron added steel	Carburizing	753	-188	10.9	900	938
	Carbonitriding	739	-161	4.8	998	992

4. 2 B添加鋼の不完全焼入れ組織におよぼす浸炭窒化処理の影響

B添加鋼について、浸炭窒化処理により不完全焼入れ組織が減少した要因を考察する。まずは、浸炭材と浸炭窒化材において、表層のSi, Mn, Crの欠乏状態に違いがないかを確認するため、GD-OESにより調査した各濃度分布結果をFig. 9(a)に示す。本図より、Si, Mn, Crの濃度は、いずれも表層～約5 μm までは濃度が高く、それより内部では母材濃度よりも低位となっているが、浸炭材と浸炭窒化材で濃度分布に差異は認められない。ここで、Si, Mn, Crの濃度が表層で高位となっていたのは、これら元素が粒界酸化層に濃化したためであり、表層から少し内部域で低位となったのは、これらの元素が粒界酸化層に供給されたためと考える。本結果から、浸炭窒化材で不完全焼入れ層が減少したのは、Si, Mn, Crの欠乏状態の違いではないと言える。

次に、B濃度の状態に違いがないかを確認するため、同じくGD-OESによるB濃度分布結果をFig. 9(b)に示す。Bについても、Si, Mn, Crと同様に、表層で高位となり、少し内部域では低位となっているが、浸炭材と浸炭窒化材で濃度分布に差異は認められない。ここで、B濃度が表層で高位となっているのは、粒界酸化に濃化したことによると考えられる。なお、Bが浸炭材、浸炭窒化材の表層に濃化する事象はこれまでにほとんど報告されていないが、浸炭、浸炭窒化処理温度である1200 K付近でのB酸化物の標準生成自由エネルギー ΔG はMnやCrに比べて低く、Bは易酸化性元素であることから、説明がつく。

Bによる焼入れ性向上効果は、実際は、粒界におけるBの偏析状態に起因するとされている。本研究では、さらにBの粒界偏析状態の違いについてもTOF-SIMSを用いて調査を行った。Fig. 10に、TOF-SIMSにより測定した BO_2^- マップを示す。比較として、Bが粒界偏析している場合の BO_2^- も合わせて示す。浸炭材、浸炭窒化材ともに表層ではBの濃化が認められるが、内部域では明確なBの粒界偏析はなく、粒界偏析状態の違い

がないことが確認できる。本結果から、浸炭窒化材において不完全焼入れ層が減少した要因としては、Bの濃度状態の違いでもないと言われている。以上より、残された要因としては、固溶Nによる影響が考えられるが、B添加鋼浸炭窒化材のEPMA元素マッピングから、表層近傍において、Cr窒化物やB窒化物形成はなく、Nはほぼ固溶していることを確認している。すなわち、浸炭窒化処理において不完全焼入れ層が低減したのは、固溶Nの焼入れ性向上効果に起因したものと考えられる。

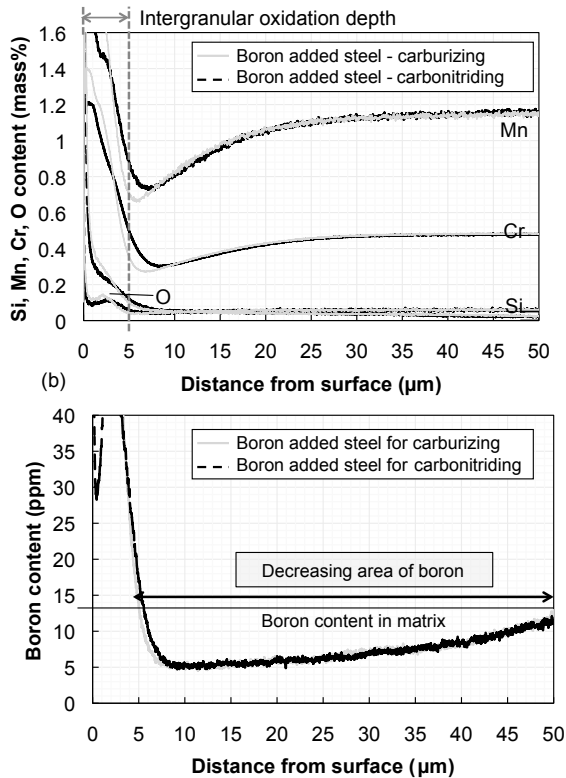


Fig. 9. GD-OES profiles (a) Si, Mn, Cr, O content, (b) boron content.

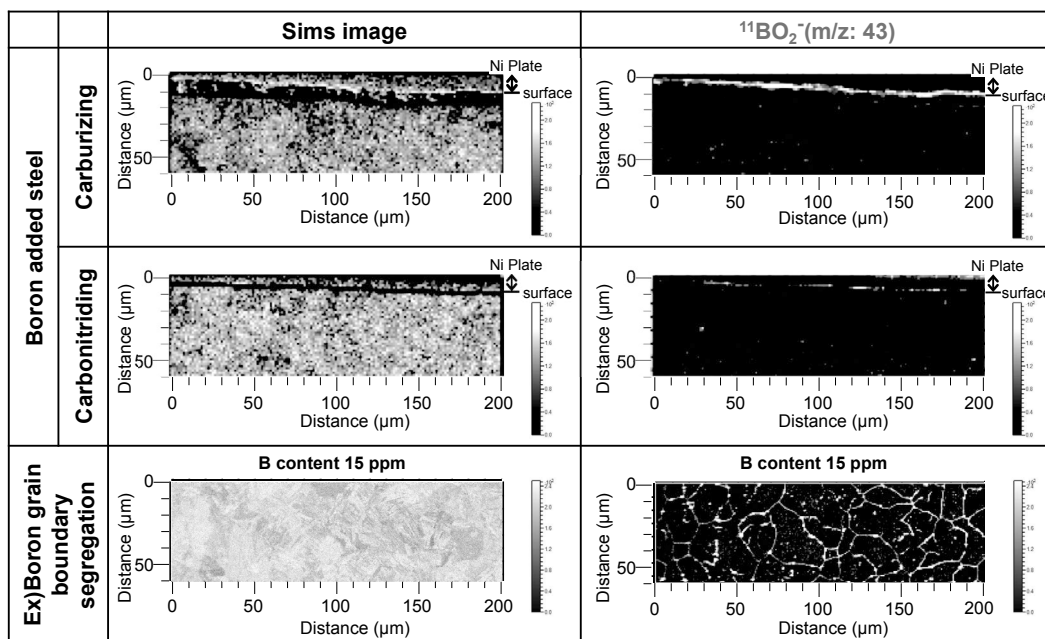


Fig. 10. Secondary ion map of boron added steel after carburizing and carbonitriding.

5. 結 言

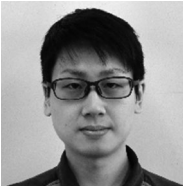
本研究では、ボロン添加鋼の曲げ疲労強度におよぼす浸炭窒化処理の影響を調査し、以下の結論を得た。

- (1) 低CrかつB添加鋼浸炭窒化材では、Nによる焼入れ性向上効果により、浸炭材と同等の硬さが得られた。
 - (2) 低CrかつB添加鋼浸炭窒化材では、浸炭材対比不完全焼入れ組織生成を抑制することが可能である。
 - (3) 低CrかつB添加鋼浸炭窒化材の回転曲げ疲労試験における疲労限度は浸炭材対比向上する。
 - (4) 上記効果が得られた要因はガス浸炭、ガス浸炭窒化処理中に鋼材表層でBが酸化物となることで、表層近傍では固溶Bが存在せず、Nによる固溶強化、焼入れ性向上効果を得ることができたためと推察される。
- 以上より、低Cr、B添加鋼+浸炭窒化処理の組合せは、浸炭窒化材の課題であった、曲げ疲労強度の高強度化（SCr420H浸炭材対比向上）を達成することができる手法であることが確認された。

(文 献)

- 1) R. DAVIES: Heat Treatment of Metals, 1(1978), 3.
- 2) 永濱陸久, 岩崎克浩, 安部聡: R&D神戸製鋼技報, 56(2006), 3, 53.
- 3) 渡辺陽一, 成田直樹, 梅垣俊造, 三島良直: 鐵と鋼, 84(1998), 12, 902.
- 4) 大同特殊鋼(株): 電気製鋼, 84(2013), 1, 71.
- 5) 紅林豊, 中村貞行: 電気製鋼, 69(1998), 1, 57.
- 6) R. A. Grande and J. B. Mitchell: Trans. ASM, 53(1961), 157.

- 7) 上野正勝, 伊藤亀太郎: 鉄と鋼, 74(1988), 12, 2337.
- 8) 千葉真, 宮本吾郎, 古原忠: 日本金属学会誌, 76(2012), 4, 256.
- 9) 磯川憲二, 並木邦夫: 電気製鋼, 57(1986), 1, 13.
- 10) 並木邦夫: 熱処理, 28(1988), 227.
- 11) 村上敬宜: 金属疲労・微小欠陥と介在物の影響, 養賢堂, 1993.



林 幸宏



辻井健太



山崎歩見



田中優樹