

## 技術論文



Technical Paper

# 真空浸炭におけるエッジ部過剰浸炭に対する合金成分の影響

森田敏之\*, 松村康志\*

## Effect of Alloying Elements on Edge Part Over-Carburizing in Vacuum-Carburizing

Toshiyuki Morita and Yasushi Matsumura

### Synopsis

Carburizing is widely used as a hardening treatment for automotive transmission parts, such as gears and pulley of continuously variable transmission. However, there is a problem that the processing sometimes adversely affects microstructures and properties. Internal oxidation from the carburized surface and/or excess carbon concentration on case microstructure worsens fatigue property of the part.

Vacuum carburizing is a promising process for eliminating surface oxidation, though; it also easily leads high surface carbon concentration in the case. In this study the effects of alloying elements on microstructures and fatigue strength of vacuum carburized specimens were investigated. The specimens with a corner, where edge angle was varied from 30 to 120 degree, were prepared and compared with the flat specimens.

In high chromium and low silicon steel, the surface carbon content increased with the sharpness of the corner, in which coarse carbides were observed, and resulted in lower fatigue strength. On the other hand, in low chromium and high silicon steel, the increase in the carbon content of the sharp corner was smaller comparing with the former steel, and carbides were not precipitated in the case. The fatigue strength of carburized low Cr - high Si steel were kept high without depending on the edge angle of the specimens.

## 1. 緒 言

浸炭焼入は鋼材の表面硬化熱処理の代表的なものであり、歯車・シャフトなどの高い疲労強度・耐摩耗性が要求とされる部品に用いられている。近年、従来のガス浸炭法に代わり、真空浸炭法が普及し始めている。真空浸炭は、粒界酸化が生じない、浸炭時間が短くランニングコストが安い、細穴内面に均一に浸炭できるなどの利点

がある<sup>1)~4)</sup>。

しかし、実部品において真空浸炭では表面炭素濃度が表面形状の影響を受け、エッジ部の先端の炭素濃度が平面部と比較して高くなることが知られている<sup>5)</sup>。このため、真空浸炭では平面部の表面炭素濃度を焼入・焼戻し後に最も高い硬さとなる最適値とすると、エッジ部では最適値よりも炭素濃度が高い過剰浸炭された状態となり、残留オーステナイト（以下 $\gamma$ ）の過剰生成や粒界へ

2010年11月5日受付

\*大同特殊鋼(株)研究開発本部 (Daido Corporate Research &amp; Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

の網目状炭化物の析出による不完全焼入組織の生成などから硬さが低下し、強度が低下する懸念がある。前報<sup>6)</sup>において、真空浸炭におけるエッジ部過剰浸炭の強度に対する影響を定量的に評価し、その原因を調査した。しかしながらエッジ部過剰浸炭に対する鋼材成分の影響については未調査である。

本研究では、エッジ部過剰浸炭への合金元素の影響を明らかにするため、エッジを有する試験片を用いて疲労試験を行い、疲労試験後の破面の詳細解析を行った。

## 2. 実験方法

本研究では前報<sup>6)</sup>で用いた Fig.1 に示す apex angle 60°, 90°, 120°, 150° のエッジを持った試験片を用い、油圧サーボ式引張圧縮試験機を用いて、エッジ頂部に最大の応力加わるように4点曲げ荷重を加え、応力比 0.1 にて疲労強度を評価した。この試験ではエッジ頂部に応力集中は存在せず、単純な真直梁の曲げ問題で取り扱えることを FEM 解析により確認している。以下、「apex angle 60° のエッジを持った試験片」を「60° 試験片」のように呼称する。

前報<sup>7)</sup>で示したとおり、真空浸炭では鋼材表面で黒鉛との局所平衡が成立しており、その状態は平衡状態図上で黒鉛が生成し始める点で表わされる。このことから本

研究では、黒鉛が生成し始める炭素濃度を大きく変化させる、Si,Cr を変化させた3鋼種を用いた。成分を Table 1 に示す。素材は真空溶解により溶製した後に 30 kg インゴットに铸造し、1373 K において直径 30 mm に鍛造した後、1223 K, 3.6 ks 焼準処理を行った。素材から機械加工で試験片を切り出し、平面部の表面炭素濃度が 0.75 mass% となるよう鋼材成分に応じて条件を変化させた真空浸炭処理を行い、453 K, 3.6 ks の焼戻し処理を施した。浸炭処理は大同特殊鋼(株)製プラズマ浸炭ガス冷炉を用い、浸炭ガスとしてプロパンを用いた。浸炭条件を Fig.2 に示す。浸炭期にはプロパンガスを 800l/h 供給してプロパンガス雰囲気中で保持し、拡散期には真空排気のみを行って真空中で保持している。浸炭焼戻し処理を施した試料を4点曲げ疲労試験、EPMA を用いた炭素濃度分布測定、硬さ分布測定、光学顕微鏡組織観察に供した。

エッジ試験片における硬さ分布は、エッジを構成する2辺を延長した仮想的な頂点から、エッジ角の2等分線上をピッカース試験片を用いて荷重 2.94 N で測定することで求めている。炭素濃度分布も同様に仮想的な頂点からエッジ角を2等分するように EPMA を用いて測定した。組織観察は Ni メッキを行って試料表層を保護した状態で研磨を行い、ナイトール腐食後に光学顕微鏡を用いて行った。

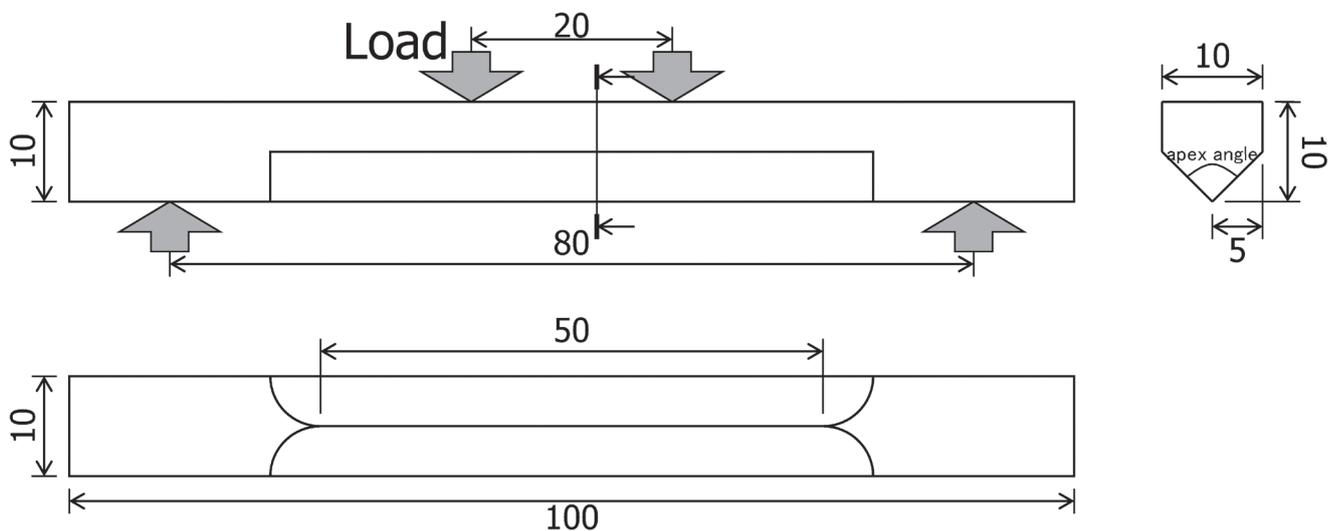


Fig.1. Schematic illustration of specimens for 4 point bending test.

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

Grade	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
Steel A	0.20	0.19	0.81	0.006	0.008	0.10	0.05	1.13	<0.01
Steel B	0.20	0.79	0.79	0.010	0.011	0.10	0.05	0.60	0.20
Steel C	0.20	1.16	0.79	0.010	0.012	0.10	0.05	0.50	0.20

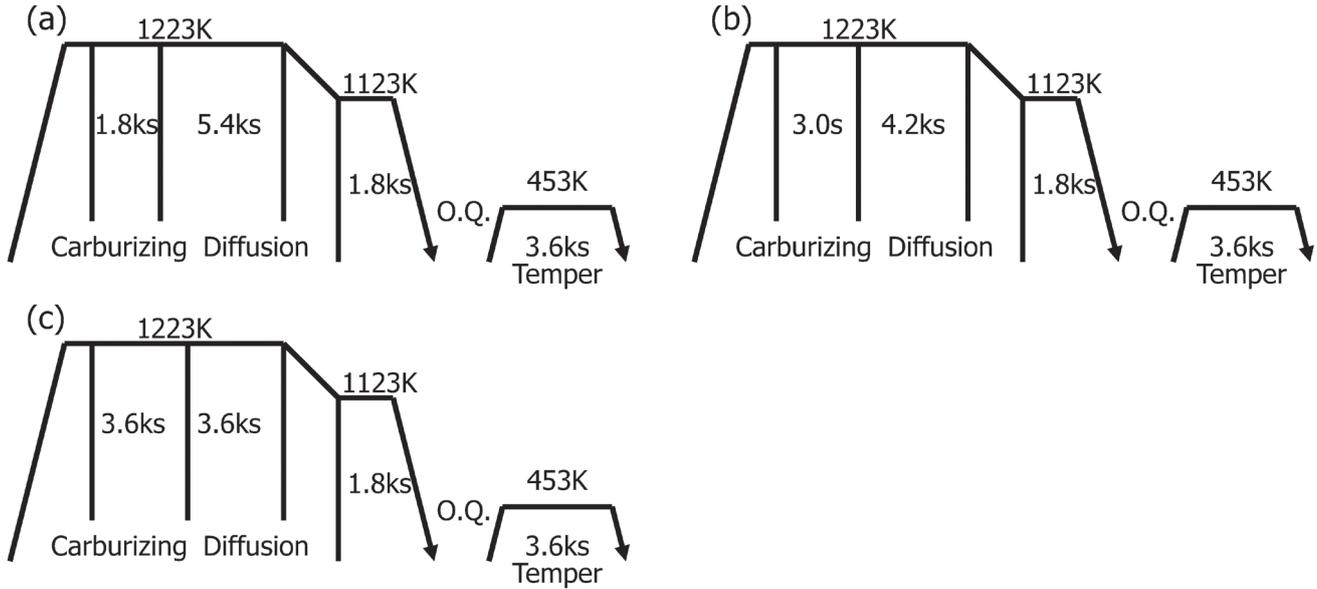


Fig.2. Conditions of vacuum-carburizing. (a) Steel A, (b) Steel B and (c) Steel C.

### 3. 実験結果

#### 3. 1 ミクロ調査結果

Fig.3, Fig.4 に試験片の組織観察結果および硬さ分布測定結果を示す。Steel A では  $150^\circ$ ,  $120^\circ$  試験片のエッジ部には炭化物が存在しないが,  $90^\circ$ ,  $60^\circ$  試験片には網目状の粒界炭化物が観察される。また硬さ分布においては  $150^\circ$  試験片では表面付近で最大値を示し, エッジ頂部から離れるに従い単調に減少する標準的な硬さ分布を示すが,  $120^\circ$  試験片では内部で最高の硬さを示し表面付近では硬さが低下する。  $90^\circ$ ,  $60^\circ$  試験片では  $50 \mu\text{m}$  位置の硬さが最も高く, 表面のわずかに内側で極小値をさらに内側で極大値を示す。  $120^\circ$  試験片では過剰な炭素の導入に伴い残留  $\gamma$  が大量に生成し表面の硬さが低下し,  $60^\circ$ ,  $90^\circ$  試験片ではさらに炭素が導入されたため表面にセメントライトが生成し硬さが上昇したと考えられる。

Steel B では Steel A よりも炭化物の生成量が少なく,  $60^\circ$  試験片にのみ粒界に炭化物が観察され, 他の角度の試験片では炭化物が観察されない。また, 硬さ分布は  $150^\circ$  試験片では表面付近で最大値を示し, エッジ頂部から離れるに従い単調に減少する。  $120^\circ$ ,  $90^\circ$  試験片では内部で最高の硬さを示し, 表面付近では硬さが低下する。  $60^\circ$  試験片では  $50 \mu\text{m}$  位置の硬さが最も高く, 表面のわずかに内側で極小値を, さらに内側で極大値を示す。 Steel A と同じく,  $120^\circ$ ,  $90^\circ$  試験片では残留  $\gamma$  の大

量生成により表面で硬さが低下し,  $60^\circ$  試験片では炭化物の生成により表面の硬さが上昇したと考えられる。

Steel C では Steel B よりもさらに炭化物の生成量が少なく, すべての角度の試験片で炭化物が観察されない。硬さ分布は  $150^\circ$ ,  $120^\circ$ ,  $90^\circ$  試験片では表面で最高値を示し内部にいくにしたがい短調に減少する。  $60^\circ$  試験片では内部で最高の硬さを示し表面付近では硬さが低下する。 Steel C では炭化物が生成していないため残留  $\gamma$  の大量生成による硬さ低下のみが起こり, 表面での硬さ上昇が起こらなかったと考えられる。

Fig.5 に Steel A,B,C の  $60^\circ$ ,  $90^\circ$ ,  $120^\circ$ ,  $150^\circ$  エッジの炭素濃度分布測定結果を示す。 Steel A では  $150^\circ$  試験片の表面炭素濃度は  $0.75 \text{ mass\%}$  程度であるが, エッジ角度の鋭角化とともに急速に炭素濃度が上昇する。 Steel B, C では  $150^\circ$  試験片の表面炭素濃度は Steel A とほぼ同じであるが, エッジ角度の鋭角化に伴う炭素濃度の上昇量が小さく,  $60^\circ$  試験片においても  $1 \text{ mass\%}$  程度の表面炭素濃度を示す。

以上より, 平面の炭素濃度が  $0.75 \text{ mass\%}$  程度の場合でも, エッジ部は平面部より高い炭素濃度となり過剰浸炭された状態となるが, その程度は鋼材成分に依存し, Si 添加量が増加および Cr 添加量が減少した場合, エッジ部の炭素濃度が低下して残留  $\gamma$ , 炭化物が減少する。

#### 3. 2 4点曲げ疲労試験結果

Fig.6 に4点曲げ疲労試験結果を示す。縦軸は

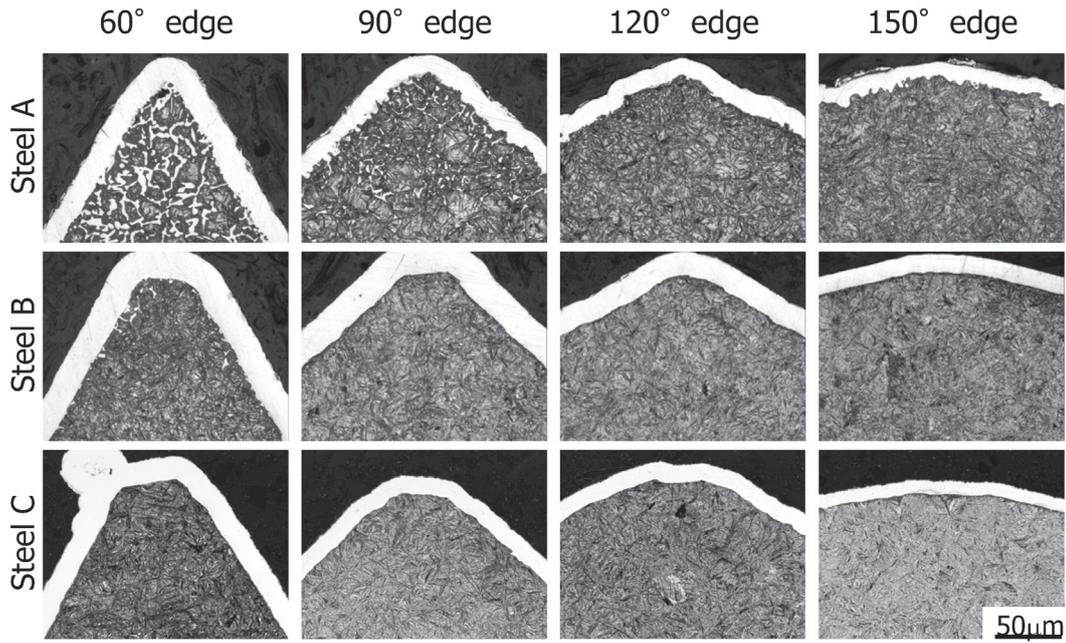


Fig.3. Microstructures of edge for vacuum-carburized specimens.

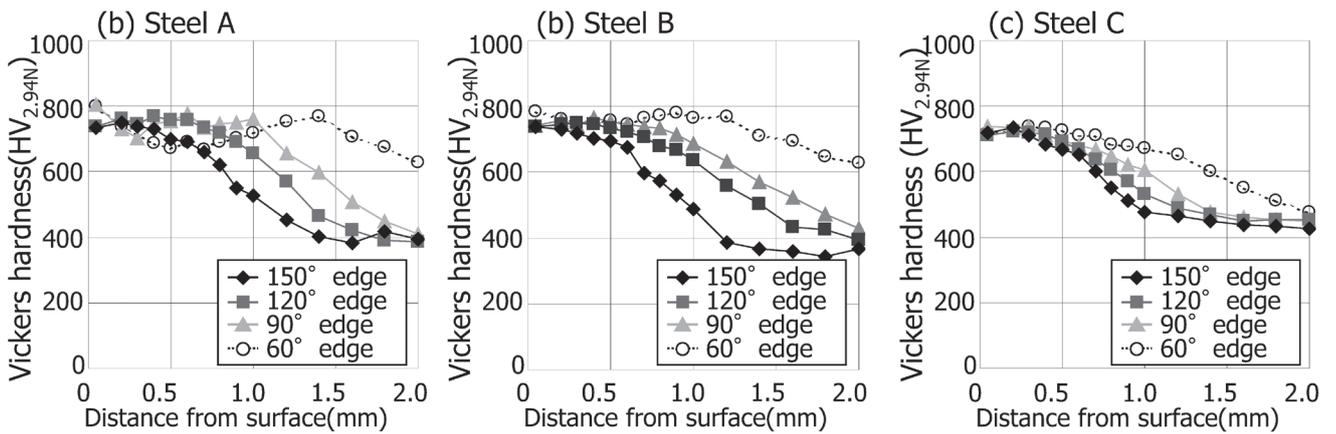


Fig.4. Vickers hardness profiles for vacuum-carburized specimens.

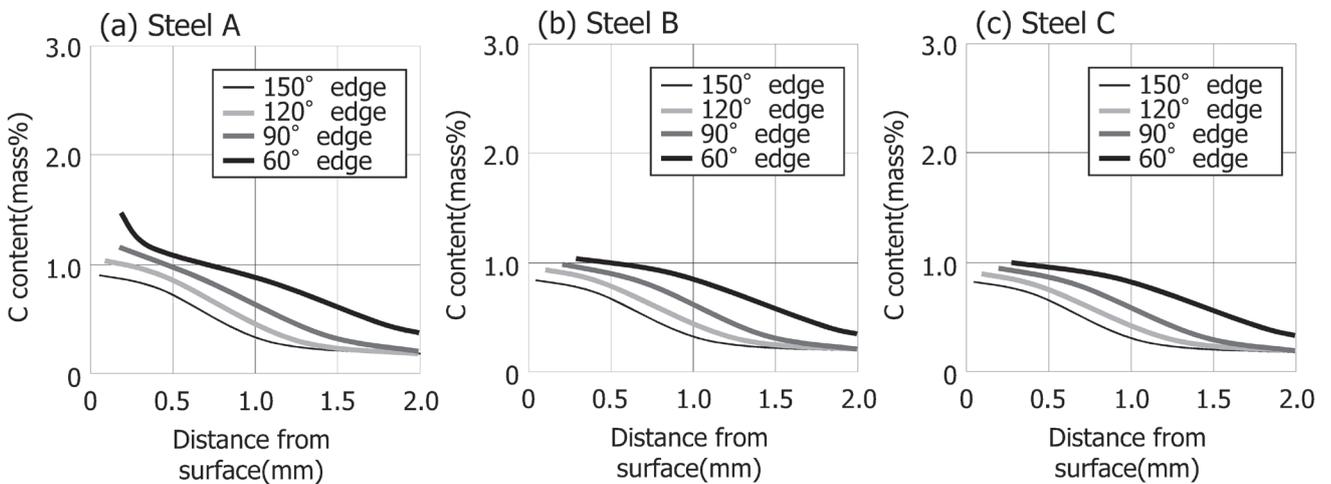


Fig.5. Measured carbon concentration profiles for atmosphere carburized and vacuum-carburized specimens.

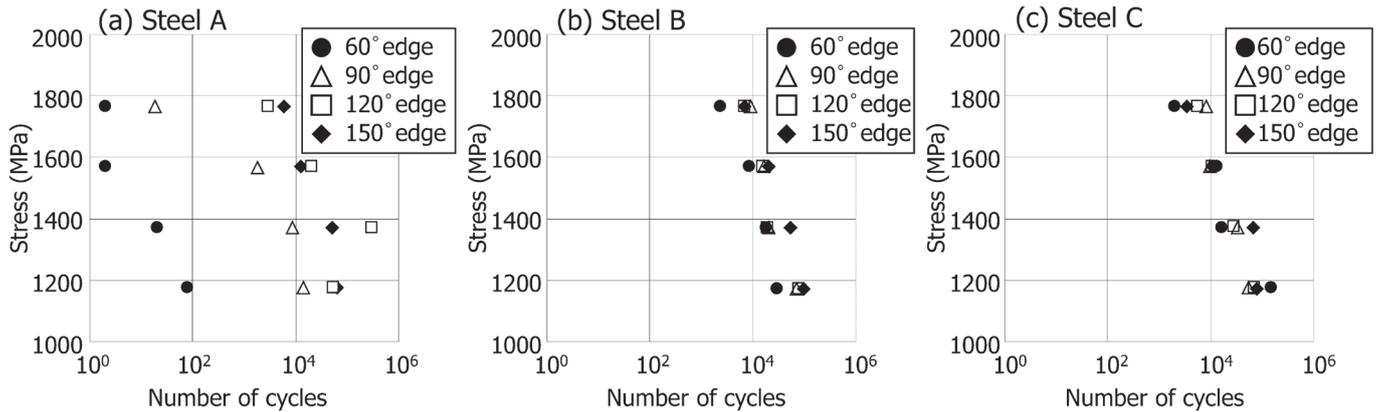


Fig.6. S-N diagrams of four points bending fatigue tests of vacuum-carburized specimens.

エッジ先端の公称応力を表す。Steel A は 150°, 120° 試験片の S-N 曲線には顕著な差がないが, 90° 試験片は大きく寿命低下し 60° 試験片ではさらに短寿命となる。Steel B では 150°, 120°, 90° 試験片の S-N 曲線には差がないが, 60° 試験片のみわずかに短寿命となる。Steel C は S-N 曲線がエッジ角度に対する依存性を示さない。

Fig.7 に 10000 回強度とエッジ角度の関係を示す。Steel A,B,C とも 150° 試験片では 1600 MPa 程度のほぼ等しい強度を示すが, Steel A はエッジ角度の鋭角化に従って顕著に強度が低下し, 60° 試験片では 150° 試験片の 1/3 程度の強度となる。Steel B は 120°, 90° 試験片は 150° 試験片と同等の強度を示すが, 60° 試験片のみわずかに強度低下する。Steel C はエッジ角度によらず強度が一定値を示す。

### 3. 3 4点曲げ疲労試験の破面観察

Fig.8 に 4 点曲げ試験の破面観察結果を示す。基本的にエッジ角度によらずエッジ先端付近は粒界とへき開の混合破面, 浸炭層は粒界破面, 非浸炭層は延性破面, 最終破断部は粒界破面である。

前報<sup>6)</sup> に示したとおり, 過剰浸炭により粒界炭化物が生成している Steel A の 60°, 90° 試験片は粒界を単位とするものの, 丸みを帯びた一般的な粒界破面と異なる特徴的な形態である。Fig.9 に示す EDX 分析から, 破面両側の対応する部分は片側が炭化物であれば, もう片側はマルテンサイトとなっている。このことから, 粒界炭化物が生成している場合には脆弱なマルテンサイト-炭化物界面から亀裂が発生し, 伝播, 破壊するため, 強度が低下したと考えられる。しかし Steel C ではすべての角度の試験片で炭化物が生成していない

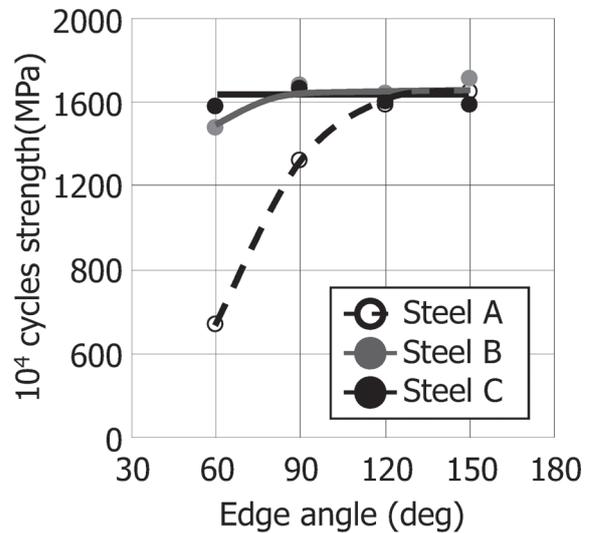


Fig.7. Relationship between  $10^4$  cycles strength and edge angles of specimens.

め, 一般的な粒界破面を示す。

以上のことから, エッジ頂部に炭化物が存在しない試験片は 1600 MPa 程度の 10000 回強度を示し, 炭化物が存在するものはマルテンサイト-炭化物界面で破壊し, 炭化物量に応じて強度が低下することが分かる。よって, 真空浸炭ではエッジ部の表面炭素濃度が平面部よりも高くなり炭化物が生成するため疲労強度が低下するが, 鋼材成分を高 Si- 低 Cr とすることによりエッジ部の炭素濃度を下げて炭化物の生成を防止し, 強度低下を防止できる。

## 4. 考 察

### 4. 1 浸炭シミュレーション

前報<sup>6)</sup> で用いたエッジ部の炭素濃度分布の計算法を

用い、鋼材成分の及ぼすエッジ過剰浸炭への影響について考察を行った。

真空浸炭のシミュレーションは以下の条件の下に式(1)に示す Fick の第2法則を差分法を用いて解くことにより行う。

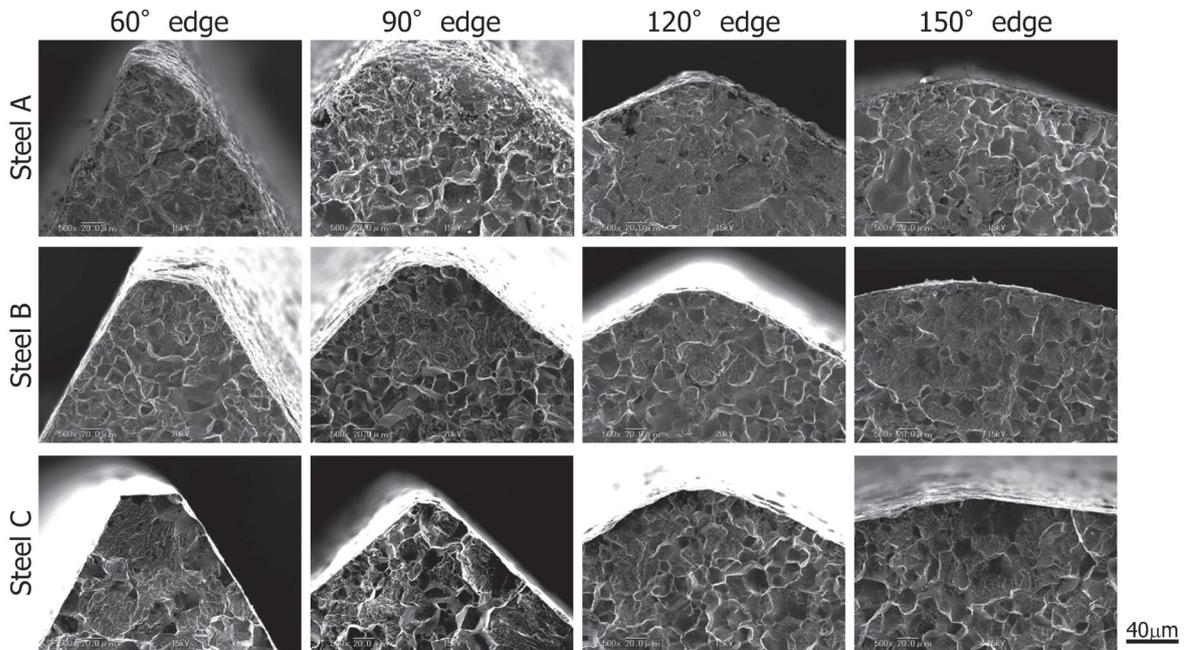


Fig.8. SEM images for fracture surface of vacuum-carburized specimens.

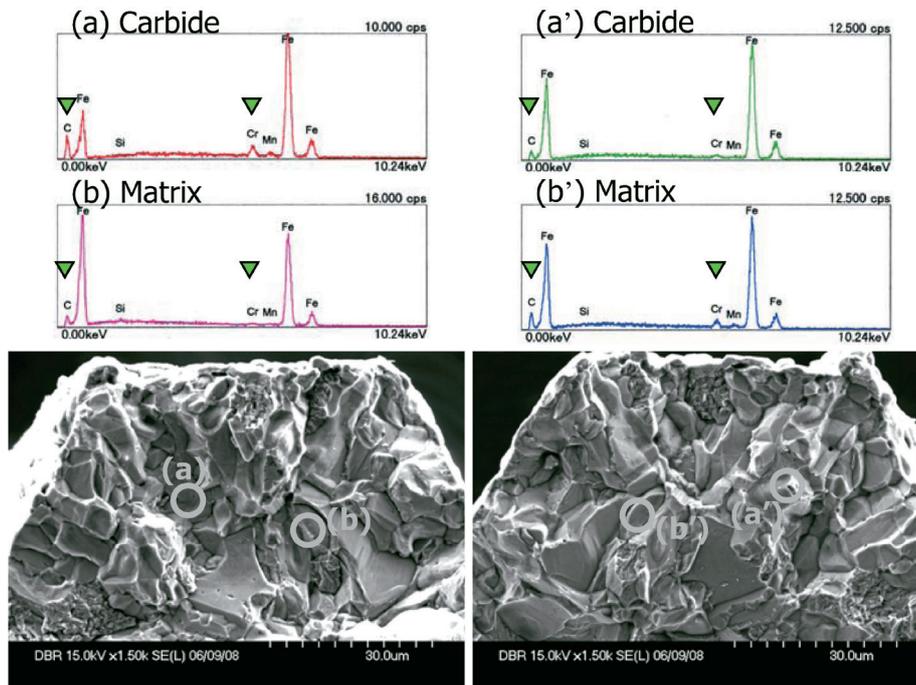


Fig.9. EDS analysis for both sides of fracture surface of vacuum-carburized 60°edge specimens of Steel A.

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( D \frac{\partial C}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left( D \frac{\partial C}{\partial y} \right) \dots (1)$$

ただし、

①浸炭期の表面は黒鉛と平衡する状態にあるものとし、平衡相・平衡組成は熱力学計算ソフト Thermo-Calc<sup>7)</sup> を用いて算出する。

②内部では炭素が炭化物と  $\gamma$  相に分配されるので、平衡相・平衡組成は Thermo-Calc を用いて算出する。反応に要する時間は無視する。

③炭化物中の炭素は固定され  $\gamma$  相中の炭素のみ拡散する。

④拡散定数は C.Wells<sup>8)</sup> らの測定値を温度と炭素濃度だけに依存する形で回帰した以下の近似式を用いる。C は炭素濃度 (mass%), T は浸炭温度 (K) を表す。

$$D(C) = \exp \left\{ 18.5 - 1.5C + \frac{546C^2 + 2316C - 19410}{T} \right\} \dots (2)$$

## 4. 2 浸炭シミュレーション結果

Fig.10 に Steel A,B,C の 60°, 90°, 120°, 150° エッジの炭素濃度分布計算結果を示す。Steel A では 150° 試験片の表面炭素濃度は 0.75 mass% 程度であるが、エッジ角度の鋭角化とともに急速に炭素濃度が上昇する。Steel B, C では 150° 試験片の表面炭素濃度は Steel A とほぼ同じであるが、エッジ角度の鋭角化に伴う炭素濃度の上昇量が小さく、60° 試験片においても 1 mass% 程度の表面炭素濃度を示す。Fig.5 に示す炭素濃度分布測定結果と Fig.10 に示す計算結果は非常によく一致し、鋼材成

分によらずこの計算手法を用いてエッジ部の炭素濃度分布を予測することが可能である。

Fig.11 にシミュレーションを用いて求めたエッジ先端の炭素濃度の時間変化を示す。どの鋼種においても、拡散期には表面炭素濃度が低下するが、エッジ角度が鋭くなるほど炭素濃度の低下が遅く、拡散期の終了時に炭素濃度が高くなる。これは、平面部では一方向にのみ炭素拡散が起こるが、エッジ部では両辺からの炭素拡散場が衝突し、表面炭素濃度の低下速度が平面部よりも遅くなるためである。このことから、拡散期が存在する限り表面炭素濃度のエッジ角度依存性をなくすことができない。

Fig.12 の Thermo-calc を用いて計算した供試材の計算状態図を示す。浸炭期の表面炭素濃度は黒鉛と平衡する値となり、エッジ角度によらず一定である。その値は 1223 K においては Fig.12 中の上の○で表される値であり、Steel B,C は Steel A と比較して低い。このため、Steel B,C は浸炭期に導入される炭素量が少なく、同じ炭素濃度分布が得られる浸炭条件は、浸炭期が長く拡散期が短くなるため、拡散期における表面炭素濃度の低下量のエッジ角度依存性の影響が小さくなり、平面部とエッジ部の炭素濃度差が小さくなったと考えられる。

## 5. まとめ

- (1) 低 Si-高 Cr鋼ではエッジ角度が鋭くなるに従い表面炭素濃度が高くなる。このため、平面部の炭素濃度が 0.75 mass% となるように浸炭した場合、鋭角部では炭素の過剰導入による炭化物の生成が起こる。
- (2) 炭素の過剰導入により炭化物が生成した場合、脆弱

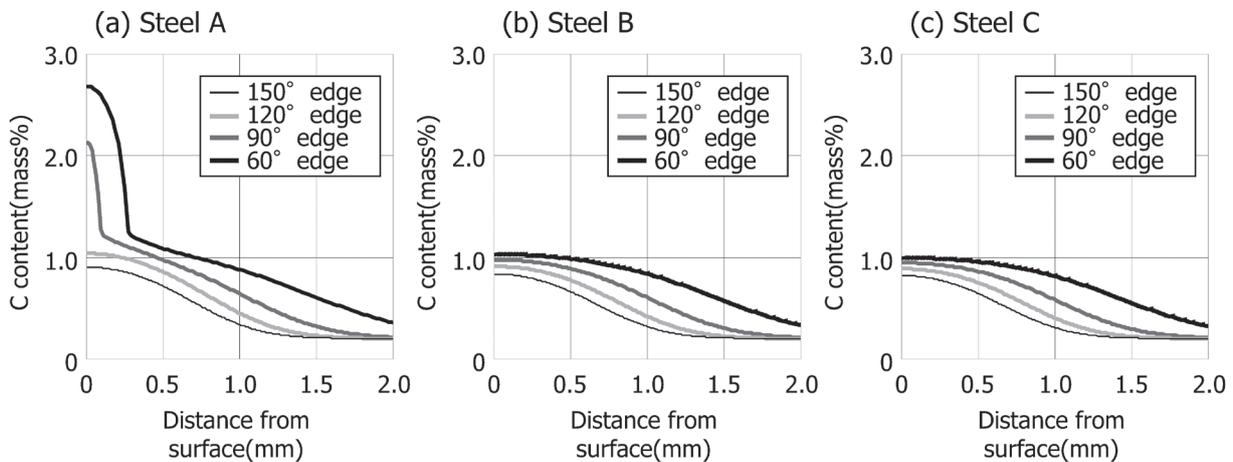


Fig.10. Calculated carbon concentration profiles for atmosphere carburized and vacuum-carburized specimens.

なマルテンサイト-炭化物界面が亀裂の発生源・伝播経路となるため強度が低下する。

(3) 高 Si および低 Cr 鋼では表面炭素濃度のエッジ角度依存性が小さく、鋭角部でも炭化物が生成せず強度が低下しない。

(4) エッジ部と平面部の表面炭素濃度差は拡散期に起因する。低合金鋼の真空浸炭では、拡散期は平面部の表面炭素濃度を調整するために必須であり、エッジ部と平面部の表面炭素濃度差は不可避である。高 Si および低 Cr 鋼では浸炭期に導入される炭素量が少なく、浸炭期が長く拡散期が短い浸炭処理となるため平面部とエッジ部の炭素濃度差が小さくなる。

(文 献)

- 1) M.Sugiyama: Netsu Shori, 37(1997), 154.
- 2) T.Machi: Netsu Shori, 45(2005), 80.
- 3) 下里吉計: 工業加熱, 39(2002), 21.
- 4) 門野徹: 工業加熱, 39(2002), 29.
- 5) K.D.Jones and G.Krauss: Heat Treat, 79(1980), 188.
- 6) 森田敏之, 松村康志, 梅本実: 電気製鋼, 79(2008), 15.
- 7) 森田敏之, 井上幸一郎, 羽生田智樹: 電気製鋼, 77(2006), 5.
- 8) C.wells, W.Batz and R.F.Mehl: Trans.AIME, 188(1950), 553.

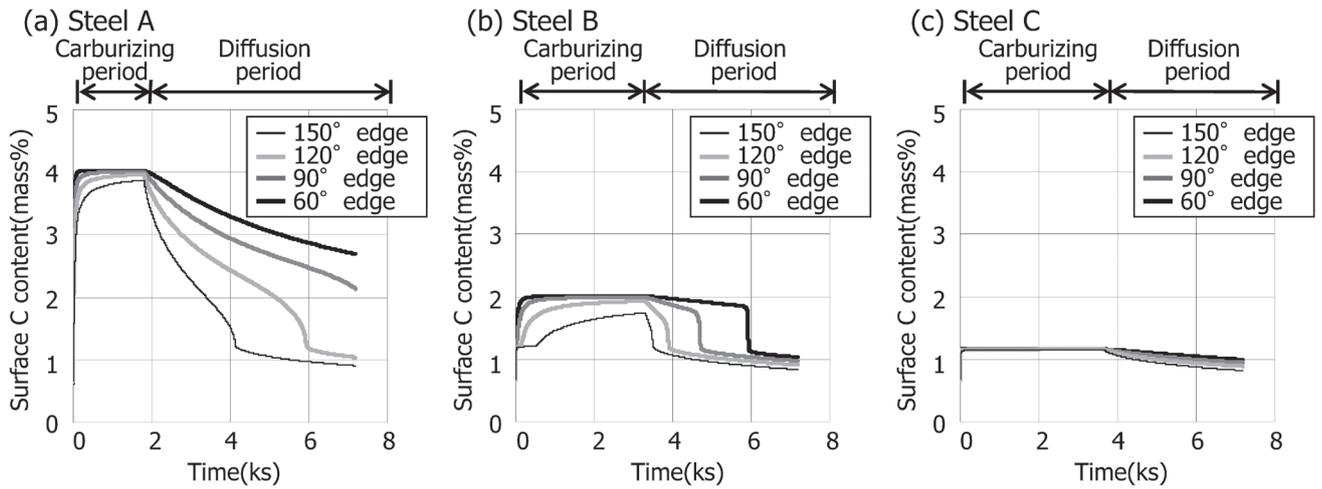


Fig.11. Calculated surface carbon concentration for vacuum-carburized specimens.

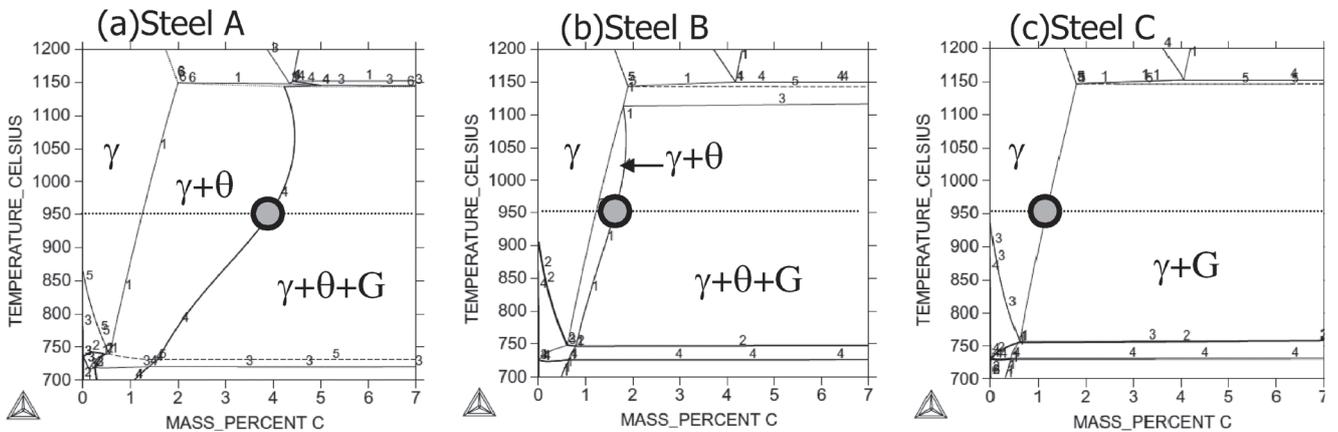


Fig.12. Calculated phase diagrams for Steel A, B and C.