

論 文

UDC 669.14-155 : 539.388.1 : 620.192.45 : 620.191.7 : 620.187.2

表面硬化した鋼の疲労破面上に生じたフィッシュアイの
走査型電子顕微鏡による観察結果について*

喜多 清**・清重正典***・高瀬孝夫****・中村康彦*****

Scanning Electron Microscopic Observation of Fish-eye on the
Fatigue Fracture Surface of Surface Hardened SteelsKiyoshi KITA, Masanori KIYOSHIGE,
Takao TAKASE, and Yasuhiko NAKAMURA

Synopsis:

Fatigue fracture surface, including fish-eyes, of surface hardened steels has been observed with a scanning electron microscope. Near the center of fish-eye, one or more non-metallic inclusions have been found. The results of X-ray micro analysis of the inclusions indicated that the inclusions near the center of fish-eye consist of mainly alumina associating with manganese sulphide, but no silicate was found in the inclusions.

(Received Mar. 28, 1973)

1. 緒 言

浸炭、浸炭窒化あるいは窒化処理のように、表面から浸入型固溶元素を拡散浸入させて硬化した材料の平滑試験片について疲労試験を行なうと、しばしばフィッシュ・アイと称する白く輝く円形の模様がその破面上に観察される¹⁾。このような模様は表面硬化材に特有のものではなく、軸受鋼のような高硬度材の疲労破面上にも現われることがすでに報告されている^{2)~4)}。これらの報告において、フィッシュ・アイの中心には非金属介在物が存在すること、それらは珪酸塩系、アルミナ系、チタニヤ系など種々あることが明らかにされているが、介在物の疲労破壊に対する役割を明確に理解するためには、さらに介在物の周辺の破面様相や介在物の種類とその形態について詳細な観察が必要である。

本研究は、浸炭、浸炭窒化および軟窒化処理を行なつた炭素鋼および Ni-Cr-Mo 鋼の鋳鋼材および圧延鋼材の疲労破面に観察されるフィッシュ・アイについて、主

として走査型電子顕微鏡により観察し、表面硬化処理材の場合の疲労破壊の起点となりうる非金属介在物の形態を明らかにするとともにその役割について考察したので報告する。

2. 実 験 方 法

試料としてはフィッシュ・アイの起点となる介在物の形状や種類、マトリックスとの接着状態などを考慮して Table 1 に示す 4 種類の鋳鋼および圧延鋼をえらんだ。すなわち、SC 37 および Ni-Cr-Mo 鋳鋼は、3 t エル一式電気炉にて溶製し、Ferro-Mn, Ferro-Si および Ferro-Al を用いて脱酸し、さらに取鍋中で Al-Si 接種を行なつて、JIS の Y ブロックに鑄込んだ。S 10 C およ

* 昭和47年10月本会講演大会にて発表
昭和48年3月28日受付

** 川崎重工業(株)技術研究所 工博

*** 川崎重工業(株)技術研究所

**** 関西大学工学部 工博

***** 関西大学工学部

Table 1. Chemical composition of steels (%).

Steel	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
Carbon steel (S10C)	0.13	0.27	0.43	0.016	0.023	0.04	0.01	0.03
Cast carbon steel (SC37)	0.13	0.31	0.66	0.014	0.015	0.08	0.15	0.03
Ni-Cr-Mo cast steel	0.16	0.16	0.49	0.014	0.017	1.98	0.64	0.24
Ni-Cr-Mo steel (SNCM23)	0.17	0.26	0.49	0.020	0.010	1.78	0.56	0.16

Table 2. Heat treatment of steels.

Steel	Annealing	Normalizing
S10C	900°C×3 hr F.C.	900°C×1/2 hr A.C.
SC37	900°C×3 hr F.C.	870°C×1/2 hr A.C.
Ni-Cr-Mo cast steel	900°C×3 hr F.C.	820°C×1/2 hr A.C.
SNCM23	900°C×3 hr F.C.	810°C×1/2 hr A.C.

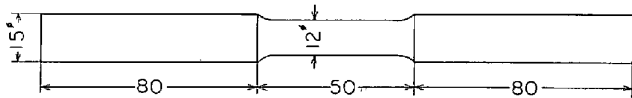


Fig. 1. Dimension of fatigue test specimen (mm).

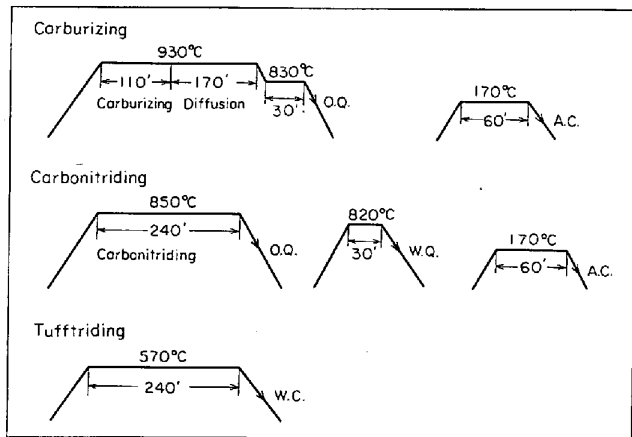


Fig. 2. Schematic diagram of surface hardening process.

び SNCM 23 は市販の圧延鋼材を用いた。

これらを、それぞれ Table 2 に示す焼鈍および焼準を行なった後、Fig. 1 に示す平行部径 12 mm の小野式回転曲げ疲労試験片を採取し、浸炭処理は S 10 C および Ni-Cr-Mo 鋼に、浸炭窒化処理は SC 37 に、軟窒化処理は SNCM 23 に施して試験に供した。各表面硬化処理における試験片の熱履歴を Fig. 2 に示す。

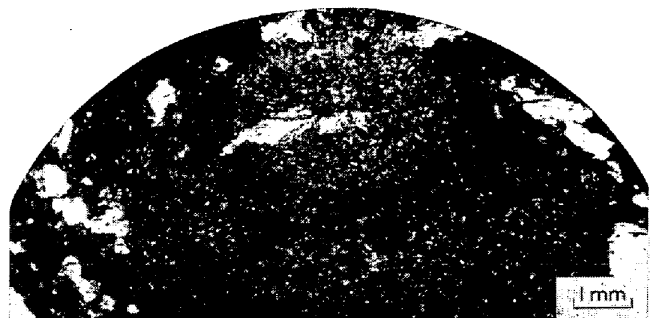
疲労試験後の破面の観察は、肉眼でフィッシュ・アイの観察されるものについて、走査型電子顕微鏡を用いて詳細に行ない、さらに介在物の種類を明らかにする目的

で、X線マイクロアナライザーを用いた。フィッシュ・アイの中心付近に存在する非金属介在物の位置と表面硬化深さとの関連を知るために、フィッシュ・アイの中心を通る縦断面において、表面からの硬度分布をマイクロビッカース硬度計により測定した。

3. 実験結果

3.1 フィッシュ・アイのマクロ的様相

疲労試験後の破面上に現われるフィッシュ・アイは、白く輝いて見え、円形またはだ円形をしており、肉眼でも容易にわかる。Photo. 1 は S 10 C 浸炭処理材の疲労破面を示したもので、フィッシュ・アイは半径方向を短軸とするだ円形をしており、その中心付近の起点と思わ



Applied stress : 47.2kg/mm²
Cycle to failure : 2.7×10⁶ cycle

Photo. 1. Fatigue fracture surface of carburized carbon steel. (S10C)



Applied stress : 38.7kg/mm²
Cycle to failure : 7.5×10⁵ cycle

Photo. 2. Fish-eye on the fatigue fracture surface of carbonitrided cast carbon steel (SC37).

れる点の位置は試験片表面から1.57 mmの深さにある。Ni-Cr-Mo 鋳鋼浸炭処理材の破面上のフィッシュ・アイも S 10 C のそれに類似し、だ円形で破壊の開始したと思われる点の試験片表面からの深さは、くり返し応力 44.2 kg/mm^2 の場合 1.64 mm、応力 38.9 kg/mm^2 の場合 1.79 mm であり、高応力になるに従って浅くなっている。

SC 37 浸炭窒化処理材の疲労破面では、フィッシュ・アイはやや扁平となり、半径方向よりも円周方向に拡がっている。また、破壊の起点と思われる点から放射状に深いしわが認められる。Photo. 2 にその1例を示す。

これに対して、SNCM 23 軟窒化処理材の疲労破面のフィッシュ・アイは Photo. 3 に示すようにその形状は真円に近く、その大きさも小さくなっている。中心点の試験片表面からの深さは、くり返し応力 48.9 kg/mm^2 の場合 0.93 mm、応力 53.1 kg/mm^2 の場合 0.64 mm と他の硬化処理材のそれに比してかなり浅いが、くり返し応力の高い場合はさらに浅くなる。したがって、フィッシュ・アイの大きさは表面硬化の深さとくり返し応力に依存していることは明らかである。

3.2 フィッシュ・アイのミクロの様相

フィッシュ・アイの領域を重点的に、走査型電子顕微鏡により詳細な破面観察を行なった。S 10 C 浸炭処理材のフィッシュ・アイの中心付近には約 7μ の丸味を帯びた1個の非金属介在物が見出された。Photo. 4 にこれ



Photo. 4. Non-metallic inclusion at the center of fish-eye on the fatigue fracture surface of carburized carbon steel.

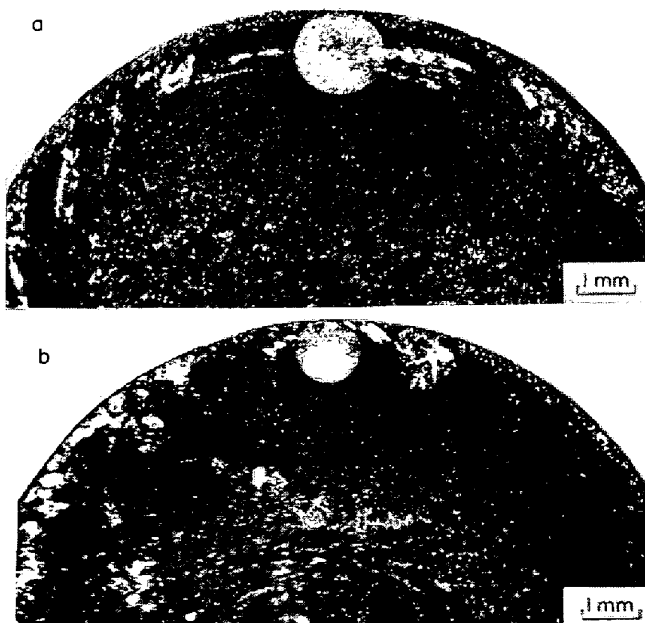
を示す。この介在物の表面は比較的滑らかで岩のようにみえる。地と介在物の間に空隙があり、密着性はよくないようみえる。

Ni-Cr-Mo 鋳鋼浸炭処理材の場合は、Photo. 5 に示すように圧延鋼材のそれとは異なり、介在物のまわりの空隙が凝固時に生じた様相がみられる。すなわち、空隙の部分につき出した部分の表面は非常に滑らかで凝固時の自由表面をうかがわせる。また、介在物の表面に結晶模様が認められ、地の部分と明らかに密着していなかったことが想像できる。Photo. 6 は凝固時に生じたと考えられる微小な鑄造欠陥がフィッシュ・アイの中心付近に存在した例を示した。

これらの非金属介在物の周辺の破面様相は比較的凹凸の少ないもので疲労破面と考えられるが、疲労破面特有のストライエーションは観察されなかつた。また、フィッシュ・アイの外側の領域においても、内側と同様の様相が観察された。Photo. 7 に S 10 C 浸炭材の例を示す。

3.3 破壊起点となる非金属介在物の同定

鋼中に実に多くの介在物が存在するが、フィッシュ・アイの形成に寄与した、すなわち、疲労破壊の起点となりうる介在物について、その種類を明らかにする目的で、X線マイクロアナライザーを用いてしらべた。分析



(a) Applied stress : 48.9 kg/mm^2 , 3.3×10^6 cycle to failure
(b) Applied stress : 53.1 kg/mm^2 , 2.0×10^6 cycle to failure

Photo. 3. Fish-eyes on the fatigue fracture surface of tufftrided Ni-Cr-Mo steel (SNCM 23).

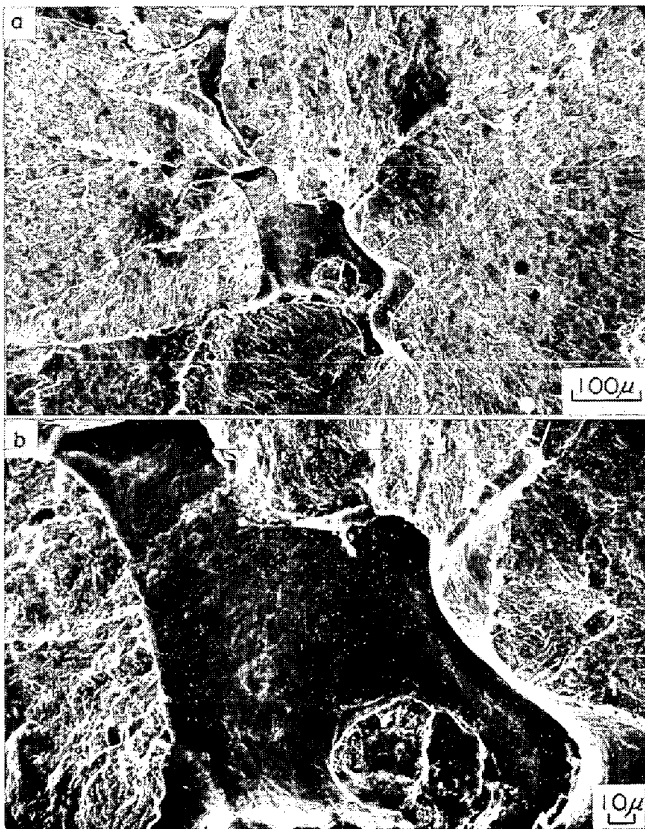


Photo. 5. (a) : Non-metallic inclusion at the center of fish-eye on the fatigue fracture surface of Ni-Cr-Mo cast steel.
 (b) : Same as (a) but at a higher magnification.

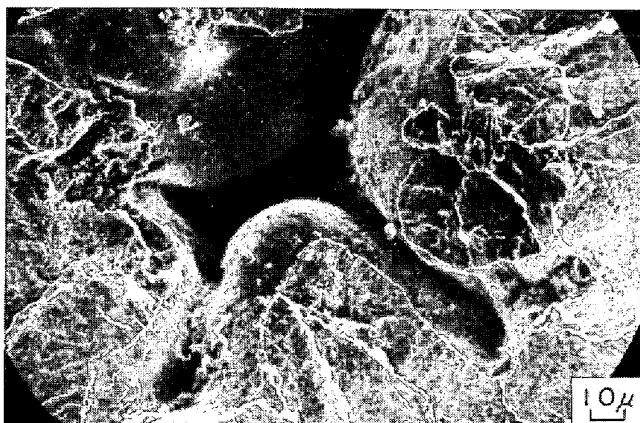
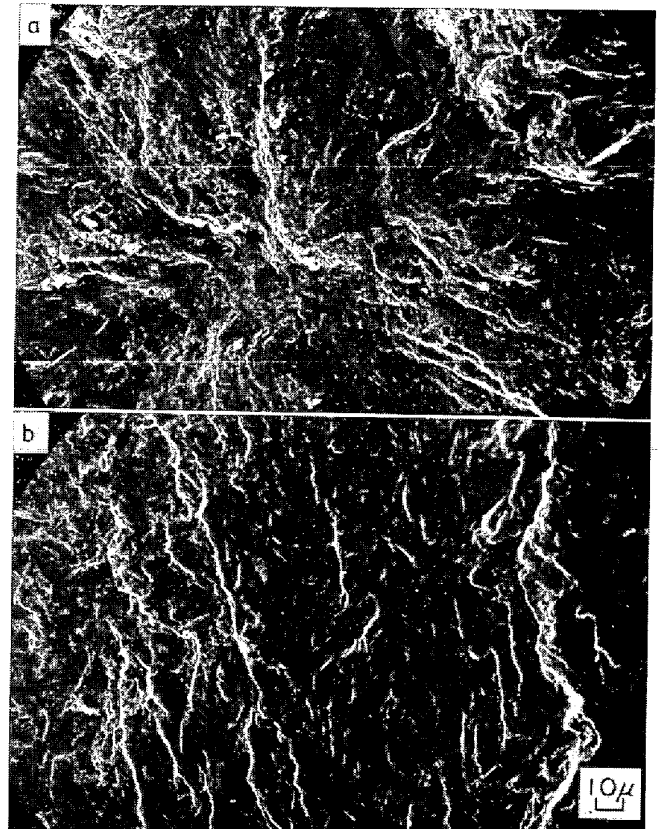


Photo. 6. Micro-defect at the center of fish-eye on the fatigue fracture of Ni-Cr-Mo cast steel.

元素は Al, Mn, Si, O および S とした。Photo. 8 は S10C 浸炭処理材の疲労破面上のフィッシュ・アイ中心付近における介在物の EBS 像および X 線像を示したもので、Al, O, Mn および S が介在物の構成元素として認められた。Si は認められなかつたので割愛した。これらの結果より、介在物は主として Al_2O_3 であり、



(a) inside area of the fish eye
 (b) outside area of the fish eye

Photo. 7. Scanning electron micrographs of the fractured surface of carburized carbon steel (S10C).

その近辺に MnS を伴っていることが明らかである。

Photo. 9 は Ni-Cr-Mo 鋼の浸炭処理材における介在物の EBS 像および X 線像を示したもので、ここでも、Al, Mn および S は明瞭に認められ、O は明瞭ではないが、Al に対応した位置にその存在が認められ、Si はほとんど認められなかつた。Mn と S の対応は明らかに MnS の存在を示し、この領域は最終凝固をしたところと思われる、空隙は溶湯の供給が十分に伴わないために生じた鑄造欠陥とも考えられる。

3.4 硬化深さとフィッシュ・アイの中心との関係

フィッシュ・アイの中心を通る縦断面の、表面からの硬さ分布を測定し、Fig. 3 および 4 に示した。フィッシュ・アイの中心位置を図中に示したが、いずれも非硬化域と表面硬化層の境界付近にある。したがって、浸炭の場合はこの点はかなり深い、軟窒化の場合は浅くなっている。

4. 考 察

4.1 フィッシュ・アイの形成機構

破面上にフィッシュ・アイが見出される場合の応力条

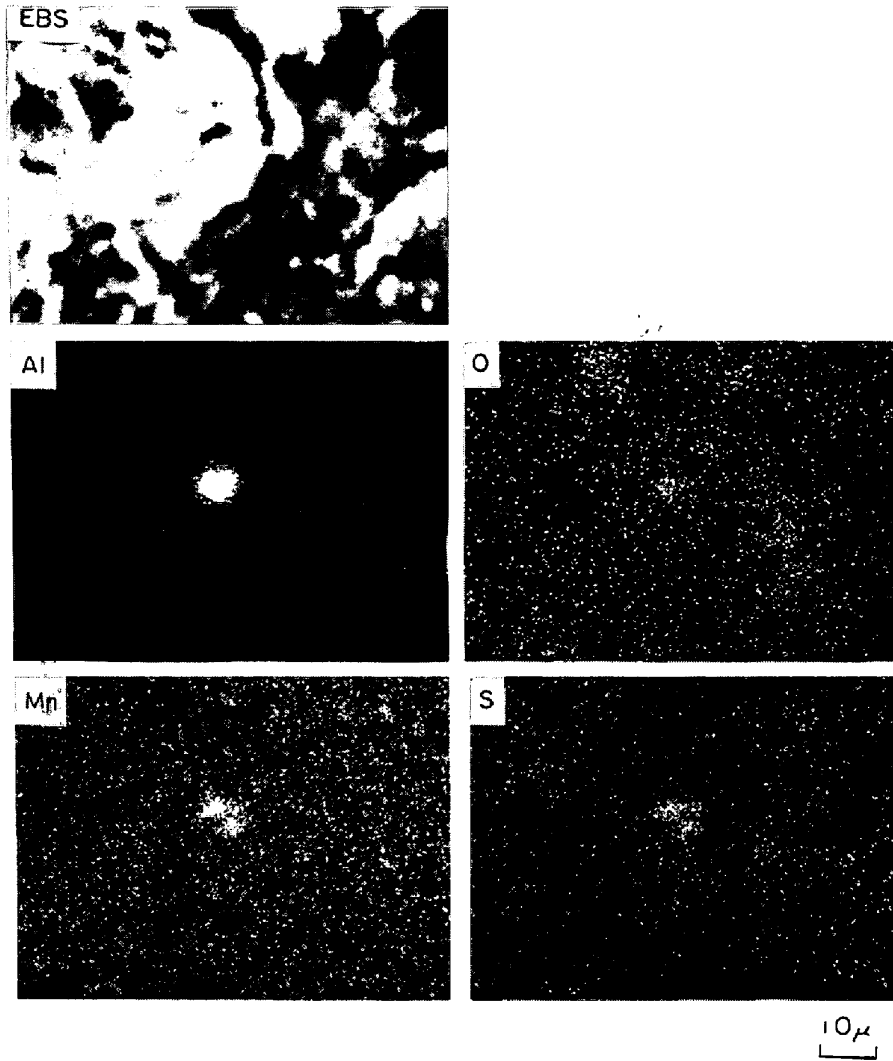


Photo. 8. X-ray microanalysis of non-metallic inclusions near the center of fish-eye appeared on the fracture surface of carburized carbon steel.

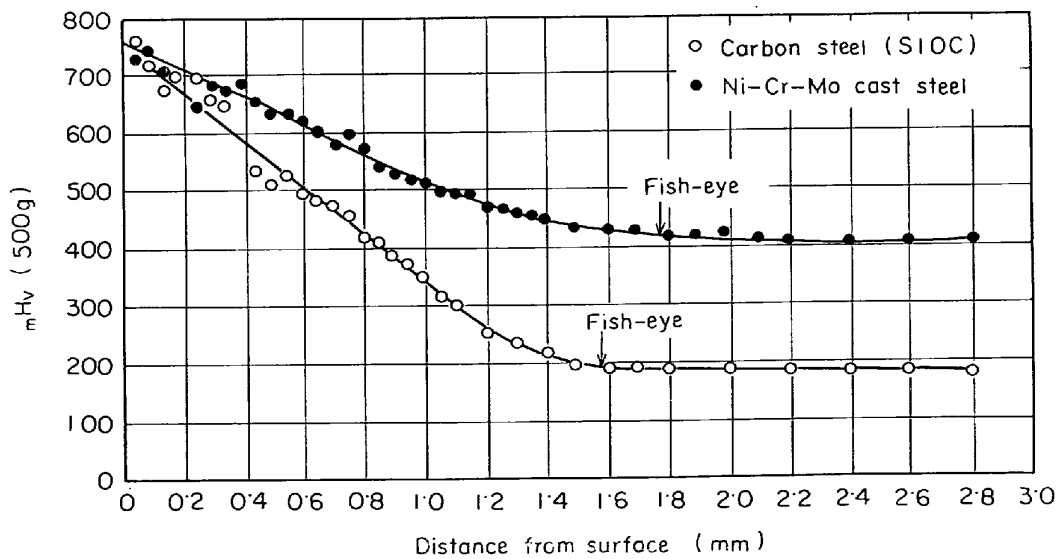


Fig. 3. Relationship between the hardness distribution and the position of the center of fish-eyes for carburized steels.

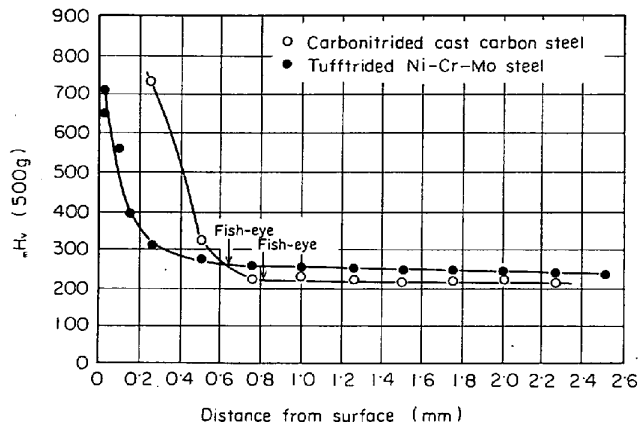


Fig. 4. Relationship between the hardness distribution and the position of the center of fish-eyes for carbonitrided cast carbon steel and tufftrided Ni-Cr-Mo steel.

験片では通常見出されていない。フィッシュ・アイを生ずる場合の破壊の起点は少なくとも初期においてはフィッシュ・アイの中心から開始することが破面観察の結果より推測されている。Fig. 5 に示すように、表面硬化した試験片では実線のような疲労強度分布をしているものと考えられ、破線で示すような応力が負荷された場合、EF の間で負荷応力がその部分の疲労強度を上廻ることになる。この考え方によると、応力分布が図中の D'BO になった場合がこの表面硬化材の疲労限ということになるが、これを求めてみると Table 3 に示すように推定値 (σ_w') は実測値 (σ_{wh}) よりかなり小さい値となる。すなわち、表面硬化材はその硬化深さの効果から推定されるより以上に疲労限が上昇することとなる。この理由は十分明らかではないが、表面硬化処理にもとづく圧縮残留応力の存在も 1 つの要因と考えられよう。

件は、一般にその疲労限よりもあまり高くなく、切欠試

応力分布が DEFO となった場合、破壊は EBF 間で

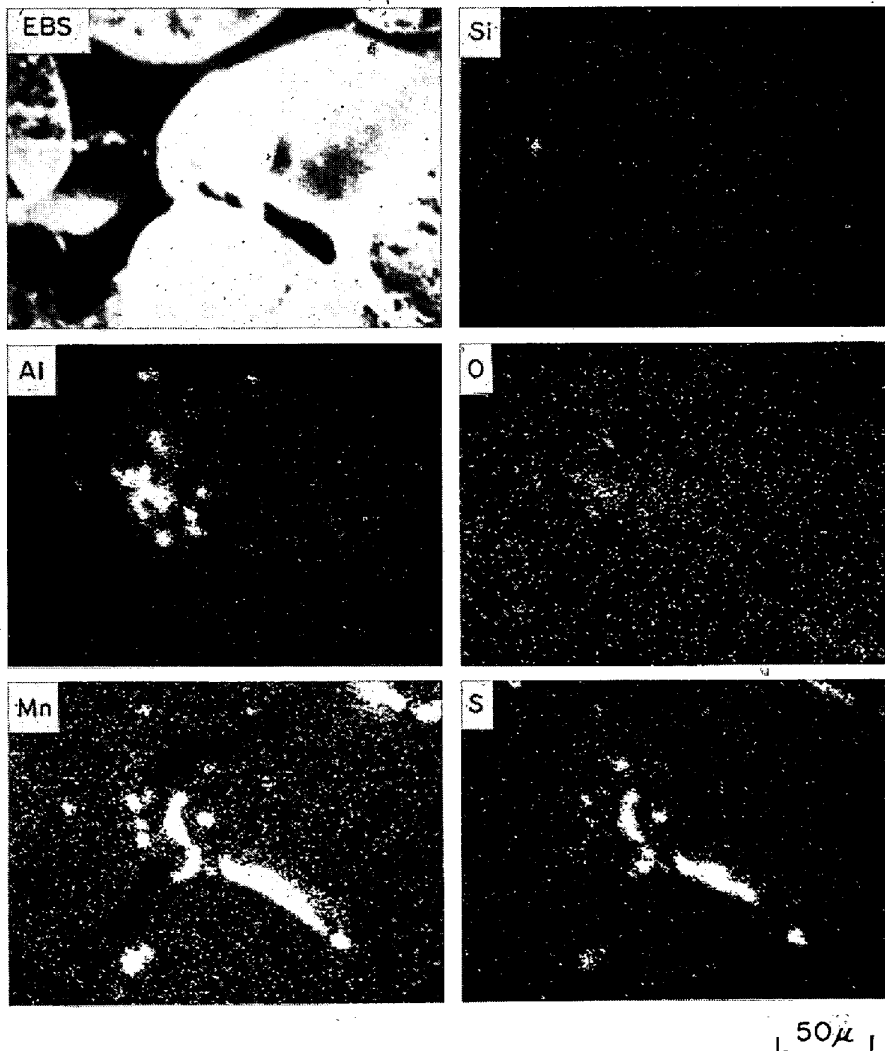


Photo. 9. X-ray microanalysis of non-metallic inclusion near the center of fish-eye appeared on the fracture surface of carburized Ni-Cr-Mo cast steel.

Table 3. Fatigue strength of un-hardened steels and hardened steels.

Steel	Surface hardening	Depth of hardening mm	Fatigue strength of unhardened steel σ_w kg/mm	Estimated* fatigue strength of hardened steel σ_w' kg/mm ²	Fatigue strength of hardened steel σ_{wh} kg/mm ²	σ_w/σ_w'
S10C	carburizing	1.5	21.0	28.0	42.0	1.5
SC37	carbonitriding	0.8	17.5	20.0	35.0	1.7
Ni-Cr-Mo cast steel	carburizing	1.8	22.5	32.1	36.0	1.1
SNM23	tufftriding	0.9	35.0	38.9	46.5	1.2

* $\sigma_w' = \frac{d/2}{d/2-t} \sigma_w$ d : diameter of specimen, t : depth of hardening, σ_w' : fatigue strength of unhardened steel

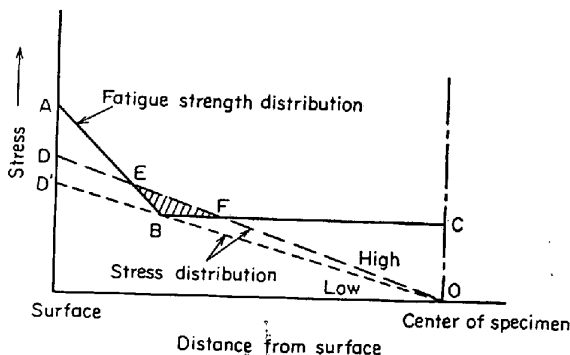


Fig. 5. Schematic diagram showing the relationship between the stress distribution and fatigue strength distribution of surface hardened steel.

生ずると考えられるが、とくに B 点付近が最も過酷であり、多くの場合フィッシュ・アイはこの点で形成されるようである。しかしながら、応力がさらに高くなると B 点より E 点の方に移動していく。この理由として考えられるのはマトリックスが硬くなるほど介在物の応力集中係数が大となることである。介在物の部分が空洞となつていと仮定したときの応力集中係数は 3 となるが⁶⁾、疲労亀裂の進展を考えると破壊靱性の概念をとり入れると、破壊靱性値の小さい硬化層ではより小さい欠陥に対して亀裂が進展しうるので、延性に富む芯部よりもフィッシュ・アイを生じやすいことになる。このような考え方からすれば、すべての介在物や欠陥が疲労破壊の起点となるわけではなく、とくにマトリックスとの密着性の悪い、かつ、弾性係数や熱膨張係数などの諸性質が著しく異なる介在物が起点となりうるものと考えられる。

4.2 フィッシュ・アイの形成に寄与する

非金属介在物の種類

すでに述べたようにフィッシュ・アイの起点となる介在物は特定のものに限られる可能性があるが、鋼の疲労強度に及ぼす介在物の影響については、すでに多くの研究者によつて研究されており、一般には珪酸塩系介在物⁶⁾⁷⁾、酸化アルミニウム^{8)~11)}、チタン化合物⁹⁾¹²⁾などが大きい影響をもつとされており、硫化物系介在物はあま

り影響しないとされているようである。しかしながら、硫化物が複合形の介在物としてあらわれる場合には影響があるとも言われている。鋼よりも弾性係数の大きい珪酸塩やアルミナなどが存在する場合、密着性がよければ応力集中係数は 1 以下で、疲労強度には影響をもたないが、内山ら¹³⁾の指摘のように、酸化アルミニウム系介在物は母材との密着性が悪いため、好ましくない影響をもつと考えられる。とくに本研究においては、MnS を伴つた Al_2O_3 系介在物が有害であることを確認できた。

圧延鋼材においては、熱間加工によつて容易に変形する珪酸塩系介在物は高硬度材の場合を除いてほとんど疲労強度に影響しないが、 Al_2O_3 系は影響をもっている。とくに共存する MnS は弾性係数などの性質において Al_2O_3 と大きな差異をもつため、その応力集中係数を高める効果をもつものと考えられる。

鑄鋼材の場合には、介在物とその周辺の空隙が疲労破壊の起点として重要な役割をもっているようにも思われる。この空隙の中には MnS が存在するところから、この部分は最終凝固をしたところと思われ、共存する Al_2O_3 は凝固中 dendrite 晶間に捕捉されたものと考えられる。したがつて、この空隙は 1 種のマクロシュリンケージのようにも考えられ、介在物との密着性は悪く、疲労破壊の起点となつたと思われる。鑄鋼はその内部に空隙を伴つた介在物を含有しており、Photo. 10 に示すような介在物の集団がフィッシュ・アイの中心に存在する場合もある。

5. 結 言

表面硬化処理した鋼の疲労破面上に現われるフィッシュ・アイについて、主として走査型電子顕微鏡による詳細な観察を行なつた結果、次の事項が明らかになつた。

(1) フィッシュ・アイの中心部には、ほとんど必ず非金属介在物が存在しており、それらは主として MnS を伴つた Al_2O_3 系介在物である。

(2) この介在物の存在する点、すなわち破壊の開始点は、表面から硬化の影響のなくなる点にほぼ一致して

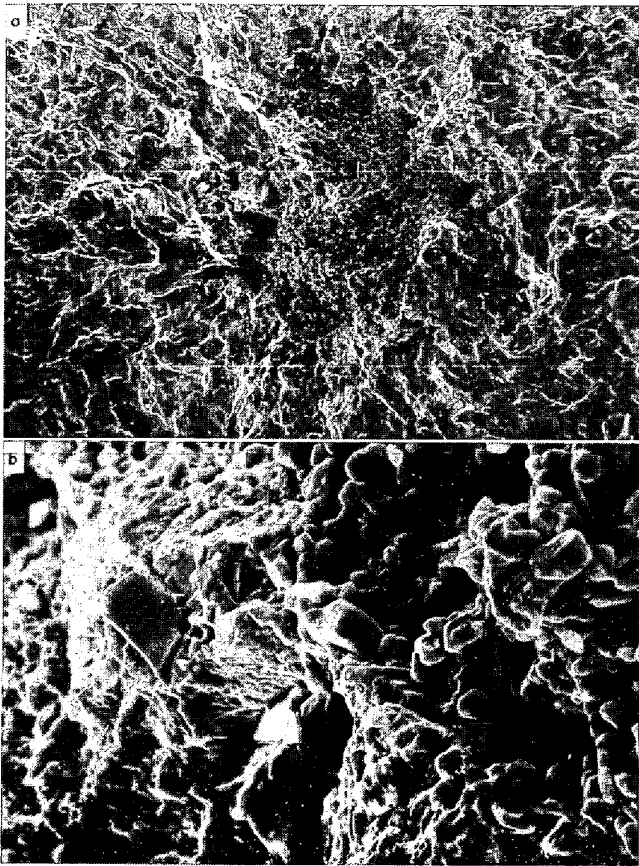


Photo. 10. (a) : Gathering of non-metallic inclusions near the center of fish-eye appeared on the fracture surface of carburized cast steel.

(b) : Same as (a) but at a higher magnification.

いる場合が多いが、負荷応力の高いほど表面側に移り、

フィッシュ・アイが形成されない場合もある。

(3) フィッシュ・アイの領域は肉眼的にはその外側の領域と異なり白く輝いてみえるが、疲労破壊による破面であることに本質的な差異は認められなかつた。

(4) 鋳鋼に生じたフィッシュ・アイの中心部には介在物のまわりに空隙が認められた。これは最終凝固時のマイクロシリンケージとも思われ、これが疲労破壊の開始にも大きい影響をもつと考えられる。

おわりに本研究を遂行するにあたり、実験に協力いただいた富永昌武君に深く感謝いたします。

文 献

- 1) 松田, 堀川, 梶川, 岡崎: 日本機械学会関西支部 第 15 回座談会資料, (1971), p. 43
- 2) P. H. FRITH: JISI, 180 (1955), p. 26
- 3) 川田, 中沢, 児玉: 機械学会論文集, 29-206 (1963), p. 1674
- 4) 横堀, 南部: 日本学術振興会第 129 委第 1 分科会報告, No 1-16-4 (1964)
- 5) R. H. EDWARDS: J. Appl. Mech., 18 (1951), p. 19
- 6) H. N. CUMMINGS: Proc. ASTM, 58 (1958), p. 505
- 7) 藤原, 福井: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 630
- 8) P. W. RAMSEY and D. P. KEDZIE: J. Metals, (1957) April, p. 401
- 9) R. F. JOHNSON and J. F. SEWELL: JISI, 196 (1960), p. 414
- 10) 結城, 梶川, 山口: 鉄と鋼, 51 (1965), p. 2071
- 11) 太田, 岡本, 仕幸: 鉄と鋼, 53 (1967), p. 877
- 12) W. S. HYLER, et al.: Proc. ASTM, 58 (1958) p. 540
- 13) 内山, 野村, 上野: 鉄と鋼, 47 (1961) p. 519