

転動疲労により生成した白色異常組織

室賀 啓*・坂 公恭*²

Peculiar Microstructure Formed by Rolling Contact Fatigue in Bearing Steels

Akira MUROGA and Hiroyasu SAKA

Synopsis : A peculiar microstructure formed in a case-hardened steel has been examined by transmission electron microscopy. The microstructure is called a bright etched region (BER) because it appears bright when etched with Nital. BER consists mainly of very fine grains, the average size of which is a few tens nanometers. An amorphous region is observed near a crack which is formed in BER. The observation indicates that, during rolling contact fatigue, a coarse grain of martensite is transformed into polycrystals with very fine grains, and then into an amorphous region, from which a crack initiates.

Key words : rolling contact fatigue ; transmission electron microscopy ; focused ion beam thinning ; amorphous ; bearing steel.

1. はじめに

転がり軸受のような転動部品においては、転動疲労によってバタフライ・DER (Dark Etching Region) 等のような特異な組織変化を生じることが知られている^{1,2)}。しかし最近の転がり軸受の高速化・高負荷化・高振動化に伴い、これらの組織変化とは異なる組織変化に起因する剥離が発生する場合も生じるようになってきた。転動寿命向上のためには、これらの組織変化の生成原因を解明することが重要である。この目的のためには、透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察が非常に有効と思われる。しかしながら、転動疲労に伴い組織変化を起こす部位は非常に小さいため、電解研磨やイオンミリング法等による透過電子顕微鏡用試料作製は非常に困難であった。

従来、半導体デバイスの配線修復などに用いられてきた集束イオンビーム法 (Focused Ion Beam sputtering) は、SIM像 (Scanning Ion Microscope Image) を観察しながら加工ができ、狙った部位を薄膜化することが可能なことから、昨今透過電子顕微鏡用試験片の加工に用いられ始めている³⁾。

本報では、ラジアル型転動疲労寿命試験機において生成する白色異常組織 (ナイタル腐食により白色を呈するため、

以下白層-BER; Bright Etched Region-と呼ぶ) について検討を行った。

2. 実験方法

2・1 供試材

本研究では肌焼鋼 (JIS-SCr420) 及び高炭素クロム軸受鋼 (JIS-SUJ2) を供試材として用いた。Table 1 に化学成分を示す。試験片の熱処理は、肌焼鋼は浸炭焼入後、低温での焼もどしを行い、高炭素クロム軸受鋼はずぶ焼入、低温焼もどしを行った。

2・2 ラジアル型転動疲労寿命試験

Fig. 1 に用いたラジアル型転動疲労寿命試験機の概要を示す。試験機は、直径φ12mmの試験片が3つのガイドロールにより支持された2つのボールと接触し、駆動ロールにて荷重負荷及び回転を行う構造である。負荷応力、試験片寸法などの試験条件をTable 2 に示す。

2・3 透過電子顕微鏡観察用試験片作製

ラジアル型寿命試験片からの透過電子顕微鏡観察用試験片の作製は以下の手順で行った。初めに転動部直下から僅かに外れた位置で転動方向に対して平行に切断し、バフ研磨を行った後、軽く5%ナイタル腐食を行い白層の位置

Table 1. Chemical compositions of specimen. (mass %)

		C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Fe
case-hardened steel	JIS SCr420	0.20	0.24	0.75	0.019	0.010	0.10	0.03	1.07	0.01	bal.
through-hardened steel	JIS SUJ2	0.98	0.24	0.38	0.017	0.005	0.10	0.05	1.46	0.01	bal.

平成9年9月29日受付 平成9年10月30日受理 (Received on Sep. 29, 1997; Accepted on Oct. 30, 1997)

* 愛知製鋼(株)開発企画部 (Research & Development Planning Div., Aichi Steel Works, Ltd., Wanowari Araomachi Tokai 476-8666)

* 2名古屋大学大学院工学研究科 (Graduate School of Engineering, Nagoya University)

を同定した。その後100 μ m程度まで裏面より機械研磨を行った後、白層が端面に現れるような位置で約2.5mm角に切り出した。それを二分した単孔メッシュ(外径 ϕ 3.0mm内径 ϕ 1.2mm)にエポキシ系接着剤を用いて固定し、FIB用の試験片とした。

以上の試験片を集束イオンビーム装置(FIB)を用いて薄膜に加工した。FIB加工の条件をTable 3に示す。加工は電子顕微鏡観察方向に対して垂直な方向から試験片の上下面を加工することにより薄膜を作製した。

用いた電子顕微鏡の加速電圧は1000kVである。

3. 実験結果

3・1 ミクロ組織観察

Fig. 2 (a) (b)に高炭素クロム軸受鋼, 肌焼鋼におけるラジアル型転動疲労試験後の試験片転動面直下のナイタル腐食によるマクロ組織を示す。いずれの場合にも表層付近に

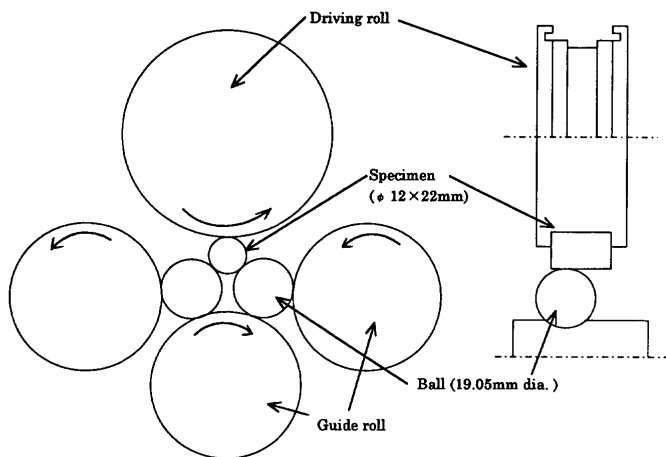


Fig. 1. Schematic diagram of radial-type rolling contact fatigue testing.

Table 2. Conditions of radial-type rolling contact fatigue testing.

diameter of specimen	12mm
Hertzian maximum contact stress	5880MPa
loading speed	46469 cpm
lubrication	turbine oil #56
lubricant temperature	non controle ,but about 363K
diameter of ball	19.05mm

は転動方向に対して30~50°の角度をなして白層(以後、斜め白層と区別する)が生成し、表面から約1mmでは突然方向転換して表面にほぼ平行に白層(以後、平行白層と区別する)が生成している。Fig. 3, Fig. 4に高炭素クロム軸受鋼, 肌焼鋼のミクロ組織を示す。いずれの場合にも白層内で亀裂

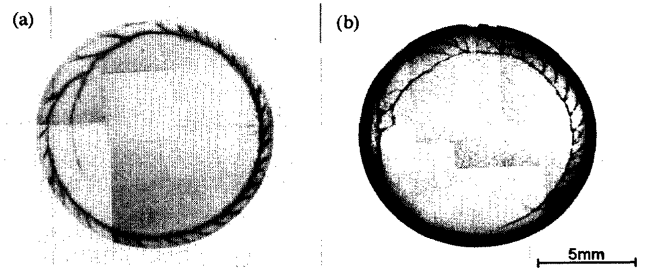


Fig. 2. Macrostructure of a cross section of case-hardened steel subjected to a rolling contact fatigue. a) through-hardened steel (JIS SUJ2), b) case hardening steel (JIS SCr420).



Fig. 3. Microstructure of BER in through-hardened steel (JIS SUJ2).

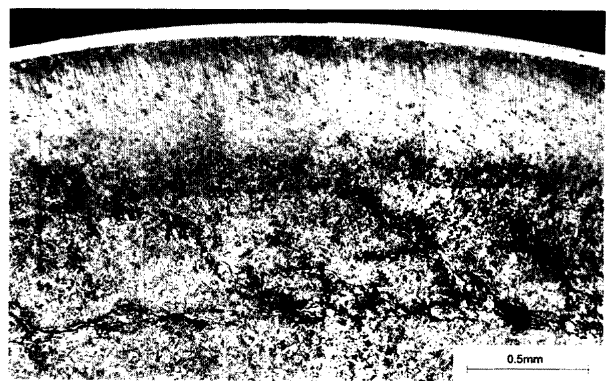


Fig. 4. Microstructure of BER in case hardening steel (JIS SCr420).

Table 3. Feature of the FIB system.

Ion source	gallium liquid metal
Accelerating voltage	30kV
Probe current	13nA(for initial etching) 1nA(for intermediate etching) 50pA(for final etching)
minimum beam diameter for etching	40nm
SIM image resolution	25nm
Fabrication time after milled two trenches	about 3hrs

が発生している。化学成分及び熱処理が異なるにもかかわらず、白層のマクロ的な生成形態及びマイクロ組織は同様である。Fig. 5に高炭素クロム軸受鋼(SUJ 2)の走査電子顕微鏡像を示す。高炭素クロム軸受鋼(SUJ 2)においては転動疲労試験前に存在していた白層部分の球状炭化物は消失しているが、肌焼鋼(SCr420)の場合には試験供試時から球状炭化物は存在しない。また、肌焼鋼(SCr420)の場合には浸炭焼入しているため、高炭素クロム軸受鋼(SUJ 2)の場合と異なり、表面から内部にわたり炭素濃度勾配が存在する。このような試験供試時における著しい組織の違いにもかかわらずSCr420でもSUJ 2と同様白層が生成していることから、球状炭化物の存在やマトリクス中の炭素濃度勾配が白層生成の起因となっているとは考えがたい。

なお、Fig. 6のように炭素勾配の存在しないSUJ 2で、斜め白層のみが生成している場合も観察されることから、生成順序は斜め白層が先で、その後内部の平行白層が生成したものと推定される。さらに、この写真にはFig. 3に示すような非常に大きな亀裂が発生していないことから、白層が生成した後でFig. 3のような亀裂が発生したものと推定できる。

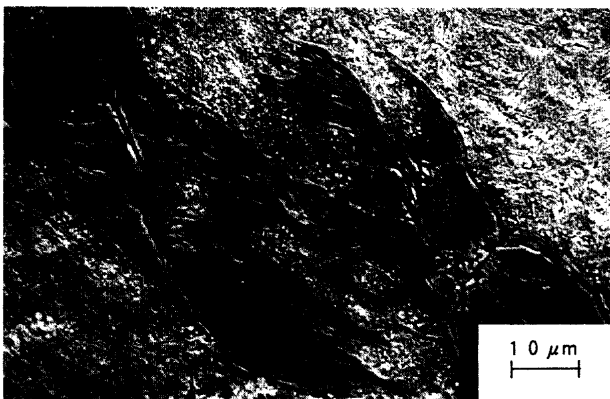


Fig. 5. Scanning electron micrograph of BER in through-hardened steel (JIS SUJ2).

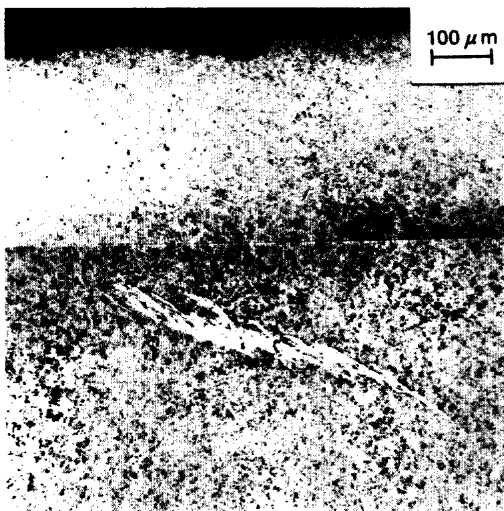


Fig. 6. Microstructure of BER in through-hardened steel (JIS SUJ2).

3・2 透過電子顕微鏡観察

全く異なる組織を有する2つの鋼種SUJ 2, SCr420において、転動疲労試験後には光顕レベルでは同様の白層組織が観察されたので、球状炭化物が存在しないより均質な組織を有する肌焼鋼についてのみTEM観察を行った。Fig. 7 (a) (b)に白層の明視野像及び暗視野像を示す。亀裂とともに、お互いに全く組織が異なる2つの領域が存在している。マトリクス部はマルテンサイト組織であり、Fig. 7 (d)に示すように典型的な単結晶からの回折図形を示している。それに対して白層部は数十nmの非常に細かい結晶粒からなる組織である。白層部の回折図形はFig. 7 (c)に見られるようにbcc構造からなるデバイリングを示している。これらの結果は以前報告した実軸受に生成した白層の結果⁴⁾と良い一致を示している。また、マトリクスとの境界より僅かに内部で境界に沿って亀裂が発生しているのが観察された。

Fig. 8に亀裂近傍の組織を高倍率で示す。亀裂近傍の白層は3つのゾーンに分けられる。ゾーンIは先に示したように非常に細かい結晶粒からなっている。回折図形も連続的なデバイリングを示している。ゾーンIIIはゾーンIと比較すると若干細長く大きめの結晶粒であるが多結晶からなりデバイリング(Fig. 8 (d))もそれに対応し若干スポット状を呈している。それに対してゾーンIIは若干大きめの粒があるものの、ゾーンI, IIIと大きく異なり、回折図形もFig. 8 (c)に示すように主としてハローリングにスポットが重畳さ

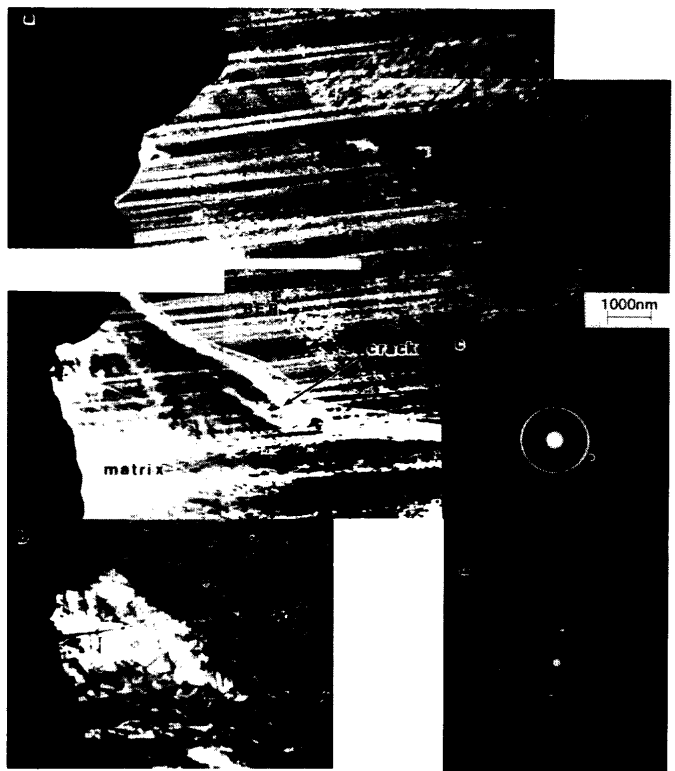


Fig. 7. Transmission electron micrograph. (a) bright-field image, (b) dark-field image, (c) and (d) diffraction patterns from BER and matrix, respectively.

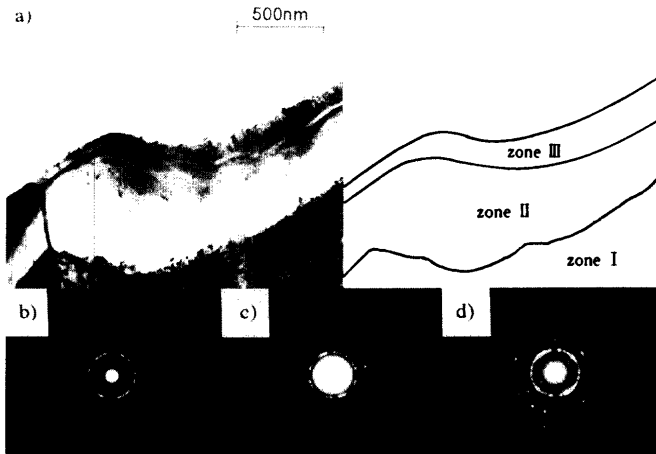


Fig. 8. Transmission electron micrograph of BER near a crack. a) bright field image, b), c) and d) diffraction patterns from zone I, II and III, respectively.

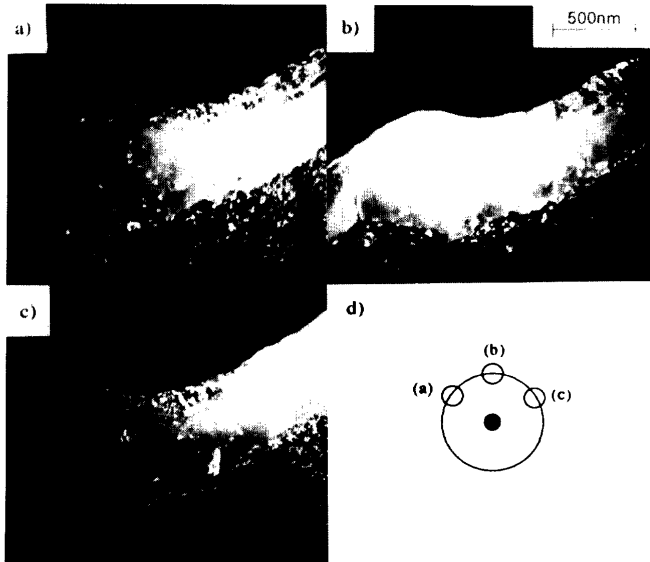


Fig. 9. Dark-field images of zone I, II and III shown in figure 8, taken with the objective aperture at different positions as is shown in (d).

れている。

一般に多結晶粒の場合には全ての結晶粒がブラッグ条件を同時に満足するというのではない。そのため、デバイリングの一部を用いて暗視野像をとった場合には一部の粒のみがブラッグ条件を満足し明るく輝くことになる。しかしながら、デバイリングのいろいろな位置に対物絞りを挿入して暗視野像を得れば、殆どの結晶粒は対物絞りのある特定の位置でブラッグ条件を満足して輝くはずである。Fig. 8における最内輪のデバイリングの異なる部分から得た暗視野像をFig. 9 (a) (b) (c)に示す。Fig. 9 (a) (b) (c)のいずれの場合にもゾーンIIの部分では明るく輝いた粒は少ないように見受けられる。そこで、ゾーンIとゾーンIIについてFig. 9 (a) (b) (c)の暗視野像を重ね焼きした。その結果をFig. 10に示す。ゾーンIは明らかに細かい粒の集合が均一に輝いているのに対して、ゾーンIIは多くの部分がコントラ

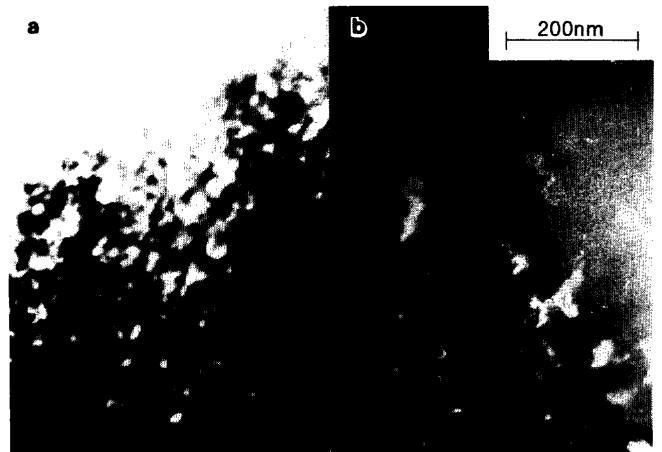


Fig. 10. Superimposition of Figures 9 (a), (b) and (c) of BER near the crack. a) and b) are zone I, II, respectively.

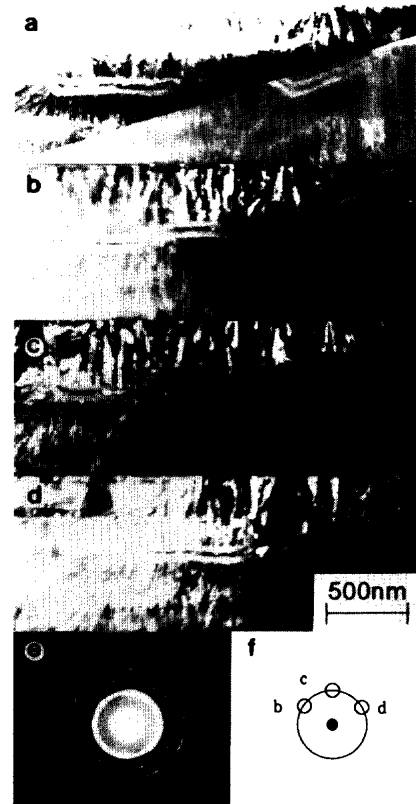


Fig. 11. A river-like region which contains no crack. a) the bright-field image, b), c) and d) dark-field images taken with the objective aperture at three different positions shown in (f), (e) diffraction pattern.

ストを示さない。このことはゾーンIIのコントラストを示さない部分は非晶質であることを示している。これが先のFig. 8 (c)の回折図形に現れたハローリングと対応していることが判る。

また、白層内には亀裂を伴わない河状の領域が観察される部分がある。Fig. 11に一例を示す。Fig. 11(a)は明視野像を、Fig. 11(b) (c) (d)にはFig. 11(e)の回折像のFig. 11(f)に示した位置から撮った暗視野像を示す。河状組織は3つの領

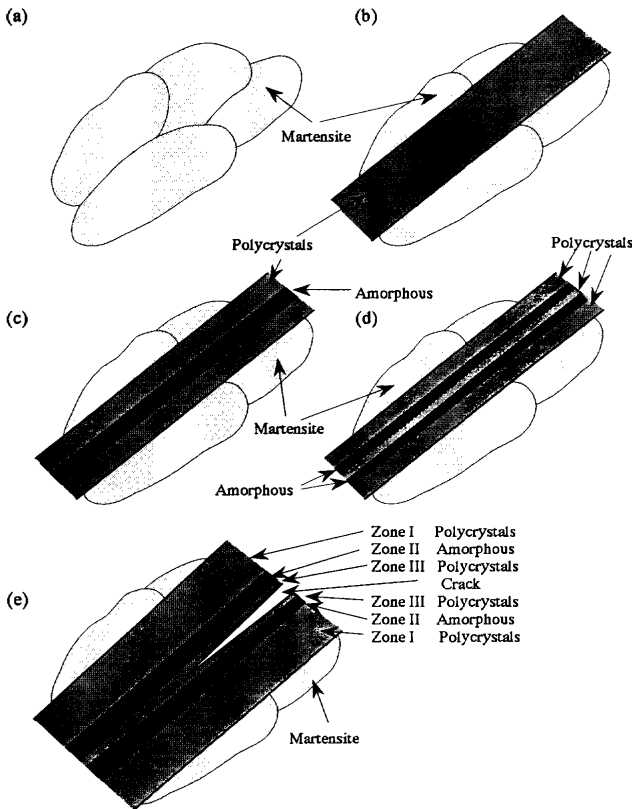


Fig. 12. Schematic illustration of evolution of microstructure and the initiation of crack during rolling contact fatigue. Zone I, II and III in (e) correspond to those in the right part of Fig. 8-a).

域に分かれ、中央部分を灰色の領域でサンドイッチ状に挟み込んだ状態になっている。中央部分は明視野、暗視野像ともに明暗の混合状態になっている。一方、サンドイッチのパンに対応する外側の領域は常に灰色である。従って、Fig. 9, 10から得られた結果と同様に、中央部分は微細結晶であるのに対してその外側は非晶質であると推定される。

亀裂周辺のみでなく、Fig.11のような亀裂のない部分でも非晶質部が観測されたことから、この領域が亀裂の前駆段階であるものと推定される。従って、白層生成による亀裂発生はFig.12に示すような機構で生じたものと推定される。即ち、転動疲労によりFig. 8に示すゾーン I のような正常な組織と比べて極端に細かい結晶粒となる。その後さらに細かくなり、Fig. 8に示すゾーン II のような非晶質状の部分が生成する。この非晶質部に亀裂が発生することで最終的には剥離等のマクロ的な破壊に至る。亀裂が発生することによる摩擦熱で亀裂最近傍で局部的に温度上昇が起きるため、亀裂の非常に大きい内部ではFig. 8のゾーン III のように白層の結晶粒が僅かに大きくなるものと推定される。

4. 応力解析

今回のラジアル型転動疲労試験において生成する白層は、表層部と内層部で生成方向が突然変化する。即ち、表層部

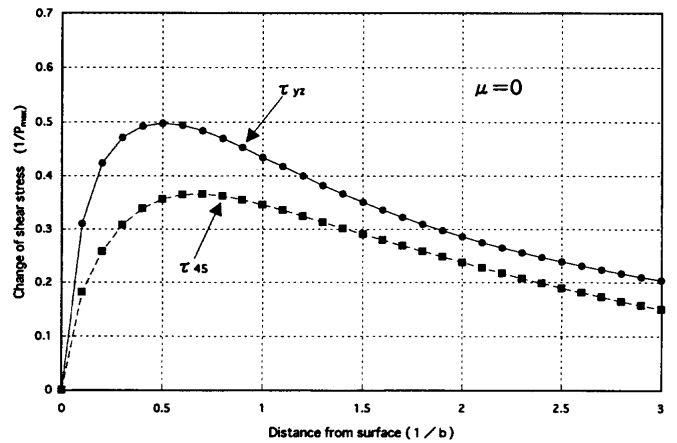


Fig. 13. Change in calculated shear stress plotted against distance from surface at $\mu=0$.

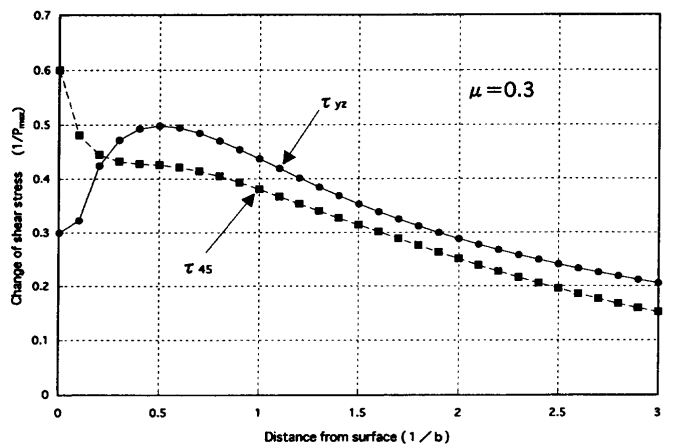


Fig. 14. Change in calculated shear stress plotted against distance from surface at $\mu=0.3$.

では転動方向に30~50°の角度をなして生成しているのに対して、内層部では転動方向にほぼ平行に生成している。これは生成方向が変化する位置で有意となる応力方向が変化すると思えざるを得ない。

転がり接触面下において剥離を支配する応力としていくつかの評価応力が提唱されてきている⁵⁾。何らかの剪断応力が支配的との説が多いものの、全ての事象を完全に説明できる評価応力は認められていない。ここではSmithらの解⁶⁾を用いて、平面对ボールの接触と仮定して、静的最大剪断応力及び動的最大剪断応力を計算した。

Fig.13に試験片とボールとの間のすべりが存在しない場合の表面から内部にわたる剪断応力の変動を示す。τ_{yz}の変動がτ₄₅の変動よりも常に大きいことが判る。従って、純転がり状態ではτ_{yz}の方が支配的と考えられる。それに対して、接線力即ち、すべりが存在する場合、表層付近ではτ₄₅がτ_{yz}を上回るようになる。Fig.14に摩擦係数μが0.3の場合の剪断応力の変動を示す。さらにFig.15のように、摩擦係数μが1.0になるとτ₄₅の方がτ_{yz}を上回る位置が摩擦係数μが0.3の場合より内部に移行していくことが判る。τ₄₅, τ_{yz}の応力はそれぞれ転がり面に対して45°方向、水平方向に対応するた

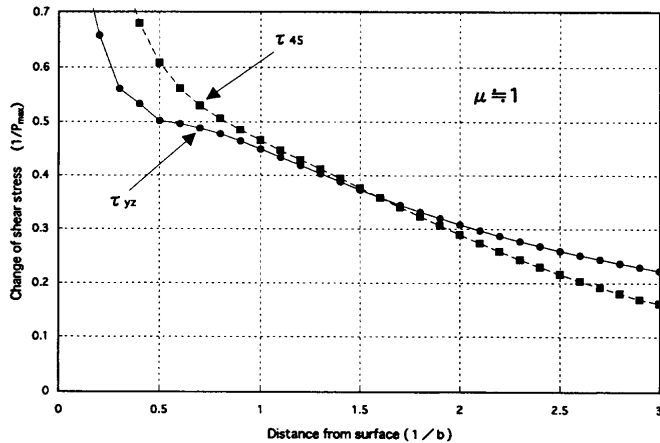


Fig. 15. Change in calculated shear stress plotted against distance from surface at $\mu \approx 1.0$.

め、すべりによってある深さ以降で支配応力が変化するという状況は、表面からある深さまでは表面に対して斜めに組織変化が生じるのに対して、それ以降の深さは表面に平行に組織変化が生じているという現象とよく対応している。従って、今回のラジアル型転動疲労試験で生成した白層は、繰返しの剪断応力の存在により生成し、すべりの効果が大きく効いているものと推定される。

5. 考察

これまで、白層部の炭素濃度に注目した報告があり、白層の炭素濃度はマトリックスよりも高いとも低いとも言われている^{7,8)}。これらの報告では白層の生成に炭素原子の拡散が寄与しているのではないかと推測がなされている。しかしながら、今回得られた結果は、

- ①実機に生成した白層とラジアル型寿命試験片に生成した白層とが全く同一であり、従って生成機構も同一であると考えられる。
- ②白層とマトリックスとの界面は明瞭であり、何らかの拡散機構が関与しているとは考えがたい。
- ③ラジアル型転動疲労試験で生成した内部の白層は軌道方向にほぼ平行に切れ間なく生成している。
- ④肌焼鋼の場合、軌道に対して平行に生成した白層部の炭素濃度は約0.2mass%であるのに対して、斜めに生成した白層部の炭素濃度は高いところで、おおよそ0.5mass%である。一方高炭素クロム軸受鋼(SUJ2)の場合にはいずれの位置でもマトリックスは概ね0.5mass%⁹⁾であるが、球状化炭化物が消失して白層に溶け込んでいることを考慮すると、実質的には素材平均炭素量の1.0mass%と推定される。このように初期炭素濃度が極端に異なるにもかかわらず、最終的に生成した白層が同一である上、白層に接している正常なマトリックス部の変化が見受けられない。

以上の結果より、炭素原子の拡散は白層生成に実質的には影響を及ぼさないものと結論できる。

6. まとめ

ラジアル型転動疲労寿命試験片を用いて、転動部直下に生成した白層を調査した結果、以下のことが判った。

- (1)ラジアル型転動疲労試験で生成した内部の白層は軌道方向にほぼ平行に切れ間なく生成している。
- (2)表層付近では軌道に対して30から50°の角度をもって生成している。
- (3)ラジアル型転動疲労寿命試験において生成する白層は数十nmと非常に微細な結晶粒をもつbcc構造の α -Feである。
- (4)球状化炭化物のない肌焼鋼でも白層が生成することから、球状化炭化物の存在は白層生成の直接的な原因ではない。
- (5)ラジアル型転動疲労試験の場合、白層は表層部から生成する。また、白層が生成後亀裂が発生する。
- (6)ラジアル型寿命試験片の白層の亀裂近傍にはアモルファス相が存在する。
- (7)白層が生成した後の亀裂生成に関しては次のように生じたものと推定される。転動疲労によりマトリックスと比べて極端に細かい結晶粒となり、その後アモルファス状の部分生成する。この非晶質部に亀裂が発生することで最終的には剥離等のマクロ的な破壊に至るものと推定される。
- (8)応力解析の結果からはすべりが白層生成の重要な因子の一つと考えられる。

- (9)初期炭素濃度が異なる種々の部位で同一の白層生成が認められることから、炭素原子の拡散は白層生成には影響を及ぼさないものと推定される。

文 献

- 1) J.Buchwald and R.W.Heckel: Trans. Am. Soc. Met., **61** (1968), 750.
- 2) R.Osterlund and O.Vingsbo: Metall. Trans.A, **11A** (1980), 701.
- 3) H.Saka, K.Kuroda, M.H.Hong, T.Kamino, T.Yaguchi, H.Tsuboi, T.Ishitani, H.Koike, A.Shibuya and Y.Adachi: Proc. 13th-Int. Cong. Elec. Microscopy, les editions de physique, Les Ulis, (1994), 1009.
- 4) A.Muroga and H.Saka: Scr. Metall. Mater., **33** (1995), 151.
- 5) 例えばLundberg, G. and Palmgren, A.: Acta Polytech., Mech. Eng.Ser., **1** (1947), 7.
- 6) Smith, J.O. and Liu, C.K.: J.Appl. Mech., **20** (1953), 157.
- 7) 柴田正道, 後藤将夫, 小熊規泰, 三上 剛: トライボロジー会議予稿集, (1994), 709.
- 8) 野中幸介, 城田伸一, 村上保夫: トライボロジー会議予稿集, (1991), 339.
- 9) 門間改三, 山本俊郎, 脇門恵洋: 日本金属学会誌, **32** (1968), 1193.