

# プラズマ窒化した冷間工具鋼の疲労特性と破面解析

横井 大円\*・春名 靖志\*・辻井 信博\*・横山 嘉彦\*<sup>2</sup>・深浦 健三\*<sup>2</sup>

Fatigue Properties and Fracture Surface Analysis of Plasma-nitrided Cold Work Tool Steel

*Daien YOKOI, Yasushi HARUNA, Nobuhiro TSUJII, Yoshihiko YOKOYAMA and Kenzo FUKAURA*

**Synopsis** : Rotating fatigue properties of plasma-nitrided cold work tool steel have been investigated using modified SKD11 (Mod.SKD11), which contains 0.8C–8Cr–2Mo–0.5V. Specimens were tempered at 470, 520 and 540°C after quenching from 1030°C. Plasma-nitriding was conducted at 450°C for 3 h after tempering. These tempering temperatures were decided by the following reasons: the hardness is same for the materials tempered at 470 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 which has a possibility of toughening the nitrided hard layer. Fatigue lives of nitrided specimens was five times longer than non-nitrided specimens, especially at higher stress amplitude. It was considered that crack initiation sites for nitrided 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-nitrided specimens. At crack initiation sites, carbides or inclusions were observed in all specimens. Fatigue strength of nitrided specimens tempered at 470°C was higher than other nitrided 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

プラズマ窒化は、無公害、経済性に優れた表面処理法として国内では1970年代から開発が進められ、一般機械構造用部品などの用途に幅広く適用されている<sup>1)</sup>。また、金型の分野においても、処理時の寸法変化が小さく、高い表面硬度が得られることから、熱間金型を中心にその適用範囲は拡大してきた<sup>2)</sup>。一方、冷間金型では、熱間で使用する場合よりも欠損、大割れが生じやすく、熱間系ほど普及していないのが現状である<sup>3)</sup>。それは、冷間で使用される場合は金型への負荷応力が高く、金型材自体も高硬度であるため、窒化による表面硬化が、よりいっそう金型材のじん性を低下させ、割れ感受性を高めることに起因すると考えられる。窒化時に金型表面に生成する硬くて脆い化合物層が金型の欠損の原因になる場合も多く、これまでに化合物層を低減する窒化方法により、金型寿命を改善した事例がいくつか報告されている<sup>4-6)</sup>。

冷間金型用鋼への窒化の適用については更なる検討が必要ではあるが、比較的容易に、かつ安価に金型表面の高硬度化・耐摩耗性を図ることができる窒化は、近年の省資源および低コスト化が進む中において、魅力ある材料強化法の一つであると言える。これまでに、プラズマ窒化した材料の諸特性については、多くの研究が行われているが<sup>7-9)</sup>、炭化物を多量に含む冷間工具鋼の窒化材の組織および機械

的性質、特に実用面において重要である疲労特性に関する報告は、ほとんど見当たらないのが現状であり、基礎的な特性評価が必要となっている。

しかし高強度化と高じん化はTrade-offの関係にあり、これら双方の性質を同時に向上させることは困難であることはよく知られており、窒化による高硬度・高強度化も例外ではない。表面硬化層のじん化については、浸炭焼入材で残留オーステナイト（以下、 $\gamma_R$ と略記する）の利用が知られているが、その効果についてはまだ明らかでは無い<sup>10,11)</sup>。他方、最近、機械構造用鋼において、窒化層のじん化に $\gamma_R$ を活用しようとする試みも為されている<sup>12)</sup>。これは、Fe–N系の共析温度がFe–C系に比べて低いことを利用して、Braunite変態温度以上での窒化処理中に析出する $\gamma$ 相を硬化層中に分散させることを狙った方法である。一方、冷間工具鋼では、特別な処理をしなくても、焼入れ後に残存する $\gamma_R$ は、通常の窒化処理温度域まで安定して存在するため、窒化層のじん化が期待できる。

$\gamma_R$ の有効活用について、筆者らは、これまでに、冷間工具鋼の疲労寿命に及ぼす焼戻温度および $\gamma_R$ の影響について検討してきており、 $\gamma_R$ が多いほど疲労寿命が向上することを明らかにしてきた<sup>13)</sup>。また、 $\gamma_R$ はC、Nの固溶によって化学的に安定度が増すことが知られている<sup>14)</sup>ことから、 $\gamma_R$ が窒化により安定度を増し、疲労寿命の改善に寄与することが期待される。

平成15年10月2日受付 平成15年12月7日受理 (Received on Oct. 2, 2003; Accepted on Dec. 7, 2003)

\* 山陽特殊製鋼(株) 研究・開発センター (Research & Development Center, Sanyo Special Steel Co., Ltd., 3007 Nakashima Shikama-ku Himeji 672-8035)

\*<sup>2</sup> 姫路工業大学工学部 (Department of Materials Science and Engineering, Himeji Institute of Technology)

そこで、本研究では SKD11 の強靭性を改善した Mod. SKD11 を用い、回転曲げ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 SKD11 の改良鋼である Mod. SKD11 を用いた。Table 1 に、その化学成分を示す。供試材は、 $\phi 32$  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  $1030^\circ\text{C}$  で 0.5 h 保持し空冷した。焼戻しは、それぞれ  $470^\circ\text{C}$ 、 $520^\circ\text{C}$  および  $540^\circ\text{C}$  の各温度で 1 h 保持後空冷を 2 回繰り返した。焼戻温度の選定に当たっては、窒化処理による母材の組織変化を避けるため窒化温度よりも高い温度であること、母材硬さが 60~62 HRC の一定硬さが得られる温度範囲であることを考慮し決定した。また、窒化層の靱性化については、 $\gamma_R$  が約 15 vol% 残存する  $470^\circ\text{C}$  焼戻し材を用い検討した。なお  $520^\circ\text{C}$  は二次硬化のピーク硬さ 62 HRC が得られる温度であり、 $540^\circ\text{C}$  と  $470^\circ\text{C}$  とはほぼ同等の硬さ 60 HRC を示し、 $\gamma_R$  がほとんど残存しない (約 2%) 焼戻し温度である。その後、Fig. 1 に示す形状に仕上加工を行い、プラズマ窒化を施した。なお、プラズマ窒化は、 $\text{N}_2$  および  $\text{H}_2$  ガス雰囲気中 ( $\text{N}_2:\text{H}_2=3:7$ ) において、焼戻温度よりも低温の  $450^\circ\text{C}$  で 3 h 保持した後、Ar ガス冷却した。また、比較のため、同じ熱履歴を持つそれぞれの QT まま材も試験に供した。

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。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および残留オーステナイト量測定には疲労試験片と同じ焼入焼戻しおよび窒化処理を施した 10 mm 角の試験片を用い、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 40 kV、150 mA 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  $\sin^2 \psi$  法で行った。

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  $\phi 50 \mu\text{m}$  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 35 kV、150 mA とした。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 組織観察

Fig. 2 に  $470^\circ\text{C}$  窒化材の光学顕微鏡組織の一例を示す。

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

Grade	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	P	S
Mod. SKD11	0.80	0.88	0.38	8.01	1.90	0.54	0.024	0.002

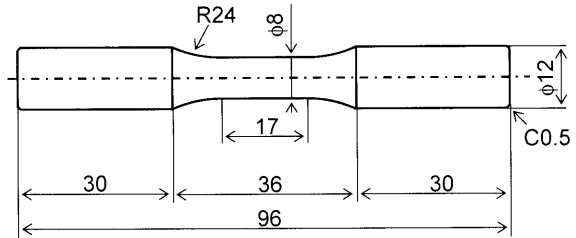


Fig. 1. Shape and dimensions of rotating bending fatigue specimen.

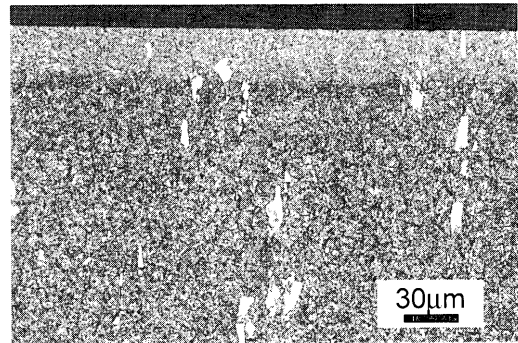


Fig. 2. Optical micrographs of nitrided specimens after tempering at  $470^\circ\text{C}$ .

母材の焼戻しマルテンサイト組織中に十数  $\mu\text{m}$  の粗大炭化物と数  $\mu\text{m}$  以下の微細炭化物が存在している。母材組織と焼戻温度の関係については、これまでに別途検討を行っており<sup>15)</sup>、光学顕微鏡レベルにおいては、炭化物の大きさは変化しないことを確認している。一方、X 線強度測定から、 $470^\circ\text{C}$  焼戻材、 $520^\circ\text{C}$  および  $540^\circ\text{C}$  焼戻材の  $\gamma_R$  量はそれぞれ 15 vol%、2 vol% および 2 vol% であった。

試験片表面から約  $50 \mu\text{m}$  深さの範囲は灰色になっており、この部分では窒化による窒素拡散層が生成していると考えられる。ガス窒化処理ではしばしば見られる最表面部の厚い窒素化合物層は、プラズマ窒化雰囲気中の  $\text{H}_2/\text{N}_2$  比が大きいことから  $\text{H}^+$  のスパッタリングの表面清浄効果のためほとんど認められなかった。

Fig. 3 に窒化材表面近傍におけるピッカース硬度分布を示す。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>16)</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、 $520^\circ\text{C}$  窒化材の母材硬さは他の窒化材よりも若干高く、 $470^\circ\text{C}$  および  $540^\circ\text{C}$  窒化材はほ

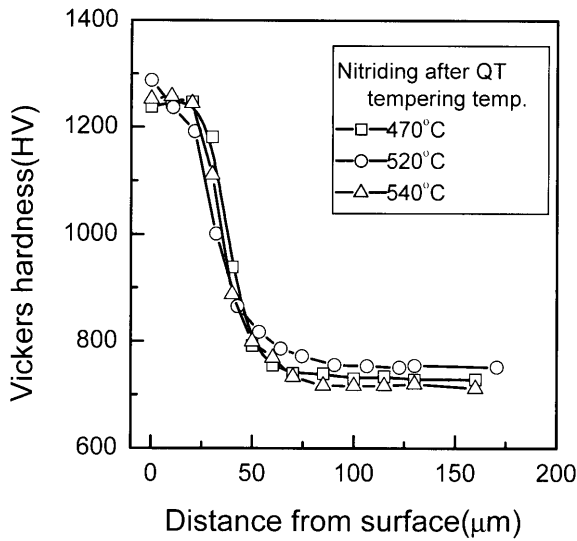


Fig. 3. Vickers hardness distribution in nitrided specimens.

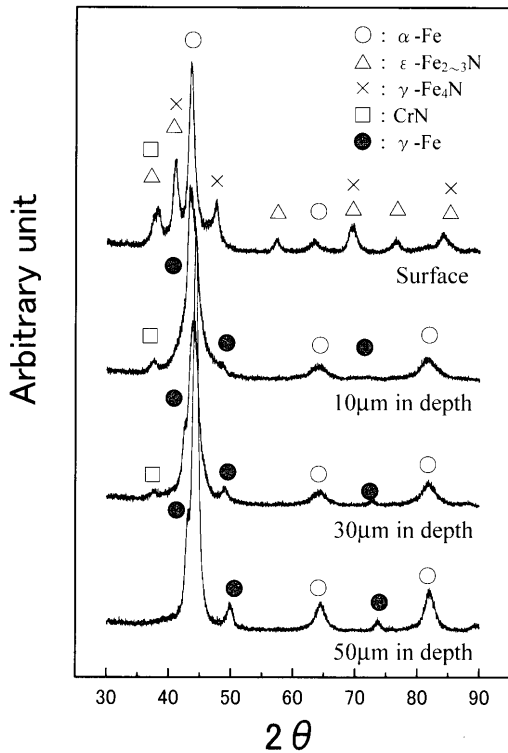


Fig. 4. X-ray diffraction pattern for specimen tempered at 470°C.

ば同程度となった。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. 4 に 470°C 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  $\mu$ 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  $\mu$ m 程度であり、X 線回折測定の精確さを裏付けている。最表面では窒化物からの回折強度が相対的に大きく、

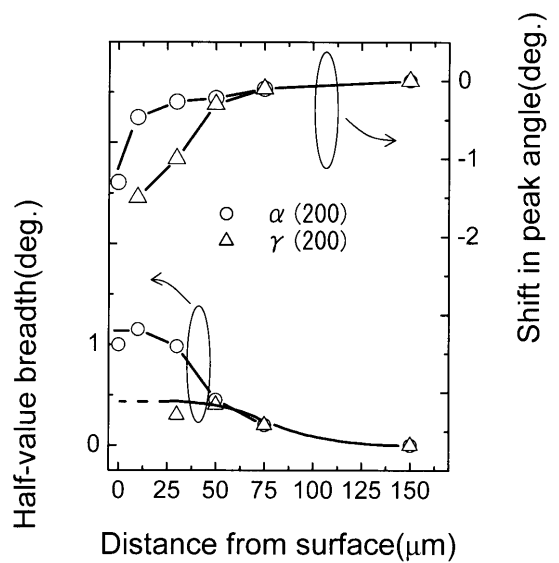


Fig. 5. Change of half-value breadth and shift in peak angle of  $\alpha$  (200) and  $\gamma$  (200) with increasing of distance from the surface for nitrided specimen after tempering at 470°C.

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. 5 に 470°C 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角度側にシフトし、半価幅も広が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. 3 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. 6 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 1200 MPa 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拡がっているが、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。

### 3.2 回転曲げ疲労特性

Fig. 7 に窒化材および QT まま材の S-N 線図を示す。まず QT まま材について見ると、470°C 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°C および 540°C 焼戻材については、硬さが高い 520°C 焼戻材の方が、540°C 焼戻材よりも疲労強度は高くなる傾向を示した。

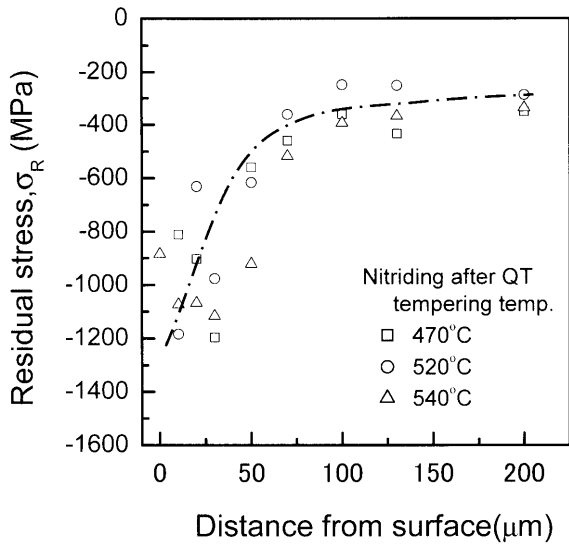


Fig. 6. Relationship between residual stress and distance from surface in nitrified specimens.

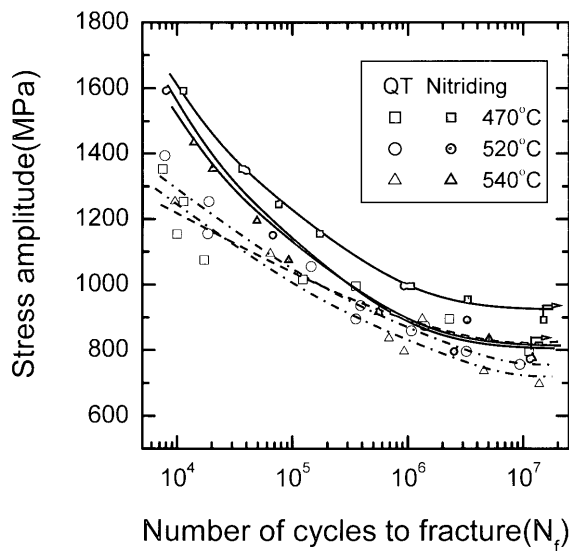


Fig. 7. S-N curves.

一方、窒化材では、各試験片ともに、高応力振幅側での疲労寿命は、それぞれのQTまま材よりも約5倍向上したが、低応力振幅側では、QTまま材との差が縮まる傾向を示した。窒化材の中では470°C窒化材の疲労寿命が最も長く、520°Cおよび540°C窒化材はほぼ同等であった。低応力振幅側では、470°C窒化材の疲労寿命が他の窒化材よりも約3~5倍長くなっているのが特徴的である。

### 3.3 疲労破面観察

前節で述べた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. 8に典型的な疲労破面を示すが、疲労破面は3タイプに分類される。Fig. 8(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まま材において観察された。次に、Fig. 8(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

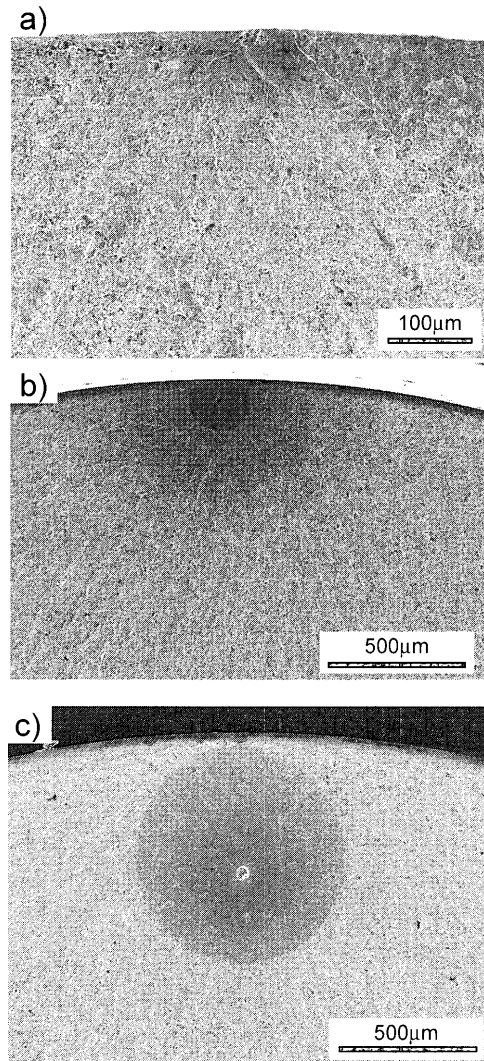


Fig. 8. Fatigue fracture surface. (a) Tempered at 470°C:  $\sigma_a = 1075$  MPa,  $N_f = 1.72 \times 10^4$  cycles. (b) Nitrified after tempering at 470°C:  $\sigma_a = 950$  MPa,  $N_f = 3.31 \times 10^6$  cycles. (c) Nitrified after tempering at 520°C:  $\sigma_a = 900$  MPa,  $N_f = 3.26 \times 10^6$  cycles.

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>17)</sup>。最後に、Fig. 8(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。

### 3.4 破面解析

Fig. 9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まま材の間では、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ま

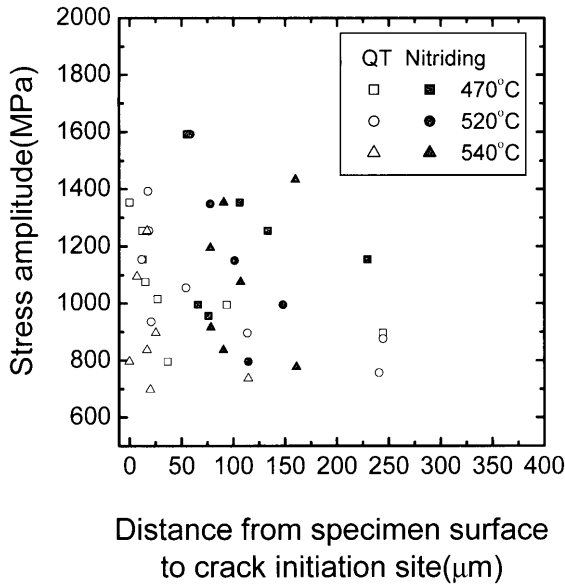


Fig. 9. Relationship between distance from specimen surface to crack initiation site and stress amplitude.

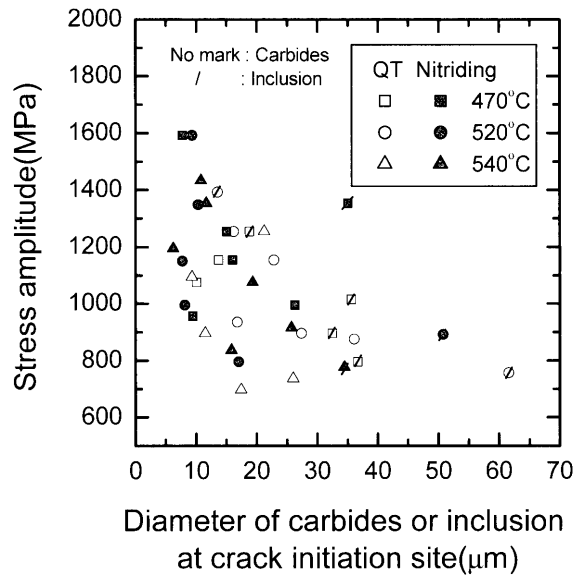


Fig. 10. Relationship between stress amplitude and diameter of carbides or inclusion at crack initiation site.

ま材の場合、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ともに、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 μm以上離れた箇所に位置している。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>18)</sup>。

Fig.10に破壊起点部に存在する炭化物および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 μm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、いくつかの炭化物が密集した数十 μm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まま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。

Fig.11は起点部の炭化物および非金属介在物（欠陥部）の大きさの平方根と疲労破壊起点部深さの関係を、繰返し応力をパラメーターとして示したものである。起点部深さが深いほど、破壊起点部の欠陥部の大きさは大きくなる傾

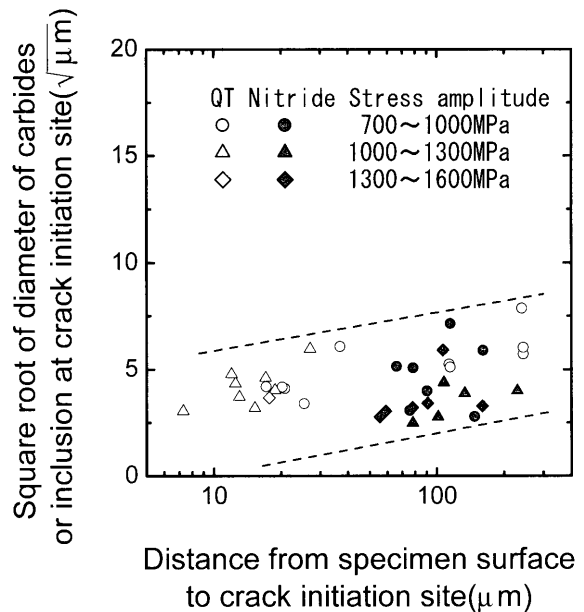


Fig. 11. Relationship between square root of diameter of carbides or inclusion at crack initiation site and distance from specimen surface to crack initiation site.

向が認められる。また、応力振幅が低くなるほど破壊起点部は試験片内部に移行するとともに、起点部の炭化物および非金属介在物径も大きくなっている。QTまま材および窒化材ともにほぼ同様の傾向を示すが、QTまま材の方が顕著である。窒化材では圧縮残留応力の影響のため、その傾きが弱くなったと考えられる。このように低応力振幅になれば破壊の起点は試験片の内部になり、欠陥部の大きさも大きくなる傾向にあることは分かったが、疲労破壊起点部の欠陥の大きさと深さの関係を定式化するまでには至らなかった。

次に、き裂発生起点の大きさから、村上<sup>19)</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、

$$\Delta K_{fth} = 0.65\sigma_T \sqrt{\pi \sqrt{\text{area}_{ini}}} \dots\dots\dots (1)$$

内部き裂発生起点に対して、

$$\Delta K_{fth} = 0.5\sigma_T \sqrt{\pi \sqrt{\text{area}_{ini}}} \dots\dots\dots (2)$$

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

Fig.12 に  $\Delta K_{fth}$  と疲労寿命の関係を示す。 $\Delta K_{fth}$  は3~6 MPa $\sqrt{m}$  で疲労寿命に拘わらずほぼ一定の値であり、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。

Fig.13 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  $\Delta K_f$  と疲労寿命の関係を示す。なお、 $\Delta K_f$  は次式を用いて算出した<sup>20)</sup>。

$$\Delta K_f = \sigma_0 \sqrt{\pi \beta F_1} \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 $F_1 = F_{IV} \frac{F_{II}}{F_{III}}$

$$F_{II} = (1.121 - 1.199\lambda + 4.775\lambda^2 - 1.628\lambda^3 - 7.035\lambda^4 + 13.27\lambda^5)$$

$$F_{III} = (1.12 - 0.231\lambda + 10.55\lambda^2 - 21.72\lambda^3 + 30.39\lambda^4)$$

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

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。

QTまま材の場合はばらつきがあるが、 $\Delta K_f$  は疲労寿命が長くなるにつれ、若干低下する傾向が認められる。一方、窒化材では、明らかに顕著に低下している。これは平面応

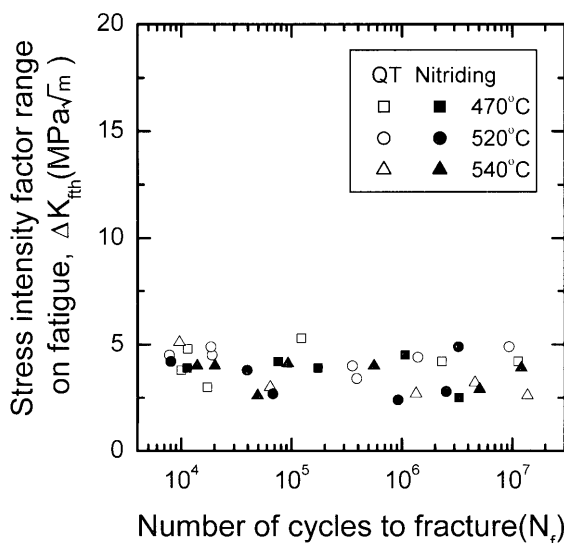


Fig. 12. Relationship between threshold stress intensity factor range on fatigue  $\Delta K_{fth}$  and number of cycles to fracture.

力状態から平面ひずみ状態への移行に起因すると考えられるが、低サイクル側では表面付近の圧縮残留応力の存在を考慮しなかった結果ともいえる。したがって、圧縮残留応力を考慮すれば、(3) 式から明らかなように、 $\Delta K_f$  は低下し、一定値を示す可能性が大きい。 $N_f = 10^6$  サイクル以上の結果について、 $\Delta K_f$  の平均値を Table 2 にまとめた。一般的に、冷間工具鋼では硬さが高いほど  $K_{Ic} (\equiv \Delta K_{fc})$  が低くなることが知られているように、QTまま材では、硬度が最も高い520°C焼戻材の  $\Delta K_f$  が最も低くなっている。また、470°Cおよび540°C焼戻材の  $\Delta K_f$  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°C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まま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>21)</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

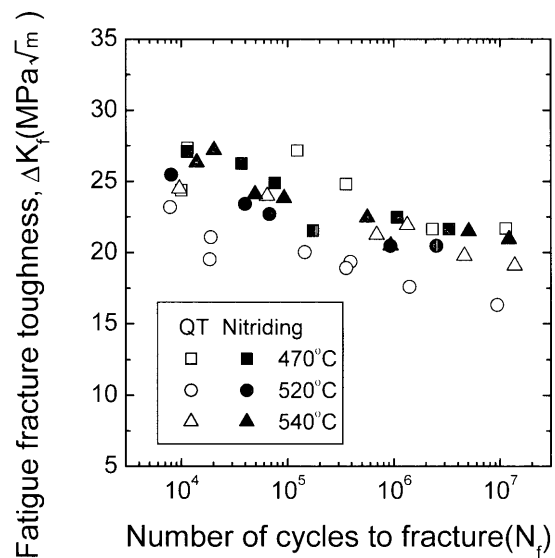


Fig. 13. Relationship between fatigue fracture toughness  $\Delta K_f$  and number of cycles to fracture.

Table 2.  $\Delta K_f$  calculated from crack size.

	QT			Nitriding		
	470°C	520°C	540°C	470°C	520°C	540°C
$\Delta K_f$ (MPa $\sqrt{m}$ )	22	17	20	22	21	22

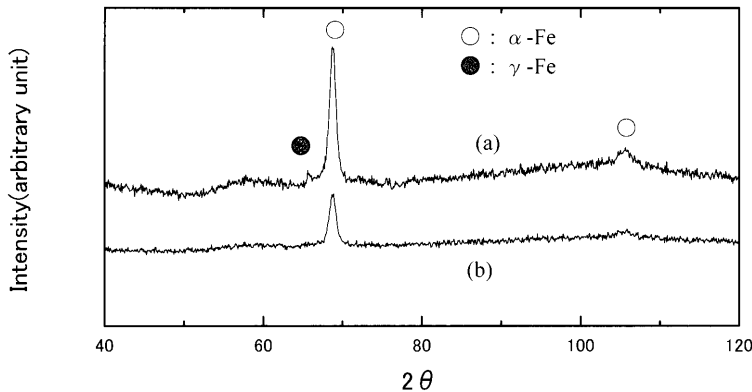


Fig. 14. Micro-beam X-ray diffraction patterns taken from fish-eye area. (a) Nitrided after tempering at 470°C:  $\sigma_a=995\text{MPa}$ ,  $N_f=1.07 \times 10^6$  cycles. (b) Tempered at 470°C:  $\sigma_a=900\text{MPa}$ ,  $N_f=2.30 \times 10^6$  cycles.

ことを明らかにしてきており<sup>22)</sup>、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まま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°C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まま材についても測定を行った。その結果の一例をFig.14に示す。QTまま材では、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°C窒化材では、すべ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まま材よりも $\gamma_R$ が多く残存したと考えられる。

したがって、470°C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、炭化物の周りに存在する $\gamma_R$ 相が<sup>22)</sup>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

SKD11の改良鋼Mod.SKD11を用い、回転曲げ疲労寿命に及ぼすプラズマ窒化および焼戻温度の影響を検討した結果をまとめると以下のようなになる。

(1) 低応力振幅側において、QTまま材では、 $\gamma_R$ 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。

(2) 窒化材の疲労寿命は、それぞれQTまま材よりも向上した。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まま材に比べ約5倍向上を示した。

(3) QTまま材の破壊起点は、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。

(4) 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安定化した $\gamma_R$ 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) T.Takase: *Tetsu-to-Hagané*, **66** (1980), 1423.
- 2) 熱間工具材料の表面層の改善研究部会共同研究成果発表会講演集, 日本熱処理技術協会編, 東京, (1998), 5.
- 3) 山中久彦: イオン窒化法, 日刊工業新聞社, 東京, (1976), 148.
- 4) T.Takase: *Denki Seiko*, **50** (1979), 192.
- 5) T.Takase, K.Fujimura, K.Ichii and H.Marumoto: *Netsu Shori*, **19** (1979), 176.
- 6) 熱処理技術セミナー, 日本熱処理技術協会編, 東京, (1995), 2.
- 7) Z.L.Zhang and T.Bell: *Surf. Eng.*, **1** (1985), 131.
- 8) N.Yasumaru: *J. Jpn. Inst. Met.*, **50** (1986), 362.
- 9) N.Yasumaru and K.Uraike: *J. Jpn. Inst. Met.*, **54** (1990), 870.
- 10) T.Furukawa, S.Konuma and S.Nishiwaki: *Tetsu-to-Hagané*, **67** (1981), 596.
- 11) M.Kikuchi: *Netsu Shori*, **32** (1992), 48.
- 12) 桑原秀行, N.Granito, 相澤龍彦: 第5回超鉄鋼ワークショップ, 金属材料技術研究所, 東京, (2001), 270.
- 13) D.Yokoi, N.Tsujii, Y.Yokoyama and K.Fukaura: *Tetsu-to-Hagané*, **89** (2003), 718.
- 14) 田村今男: 鉄鋼材料強度学, 日刊工業新聞社, 東京, (1969), 51.
- 15) K.Fukaura, H.Sunada, Y.Yokoyama, K.Teramoto, D.Yokoi and N.Tsujii: *Tetsu-to-Hagané*, **84** (1998) 230.
- 16) H.Matsumoto: *J. Jpn. Inst. Met.*, **101** (1987), 489.
- 17) Y.Murakami, T.Ueda and T.Nomoto: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **A-66** (2000), 311.
- 18) K.Shiozawa, T.Ohtani, S.Nishino, M.Okane and S.Kawamura: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **A-64** (1998), 3050.
- 19) Y.Murakami, S.Kodama and S.Konuma: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **A-54** (1988), 688.
- 20) 応力拡大係数ハンドブック, 日本材料学会編, 東京, (1986), 657.
- 21) D.Yokoi, N.Tsujii and K.Fukaura: *Mater. Sci. Res. Int.*, **9** (2003), 216.
- 22) 私信, (2003).