

プラズマ利用複合表面処理工具鋼(SKD 61)の 疲労強度と内部き裂進展特性*

塩澤和章^{*1}, 大谷利宏^{*2}, 西野精一^{*1}
岡根正樹^{*1}, 河村新吾^{*3}, 長縄毅^{*3}

Fatigue Strength and Subsurface Crack Growth Properties of Plasma Assisted Duplex Surface Treated Tool Steel (SKD 61)

Kazuaki SHIOZAWA, Toshihiro OHTANI, Seiichi NISHINO,
Masaki OKANE, Shingo KAWAMURA and Takeshi NAGANAWA

Numerous methods of surface treatment have been developed for purpose of the increase in high cycle fatigue strength and extension of lifetime of the engineering materials in various kinds of environment. In this study, cantilever-type rotating-bending fatigue test in air was conducted using the smooth specimens of alloy tool steel, SKD 61, with three kinds of surface treatment; that is, TiN coating by PVD method, plasma assisted ion-nitriding and duplex treatment with the ion-nitriding followed by the TiN coating. Fatigue strength of the surface treated specimens was improved as compared with untreated specimen. The highest fatigue strength was the duplex surface treated specimen, followed by the ion-nitriding one and the lowest was the TiN coating one. This tendency was obvious at the region of high stress amplitude and disappeared at low stress amplitude region. Increase of fatigue strength of specimen by surface treatment was due to transition of fatigue crack initiation site from surface to subsurface by an effect of compressive residual stresses occurred at surface layer by ion-nitriding, and barrier to the formation of surface crack nuclei beneath the TiN coating film. The difference in fatigue strength between the duplex surface treated specimen and the ion-nitriding one, of which crack initiation site was subsurface, was discussed by the effect of TiN coating film on subsurface crack growth behavior. It was found that TiN coating film acts as barriers to formation of plastic zone at the front of subsurface crack and retards crack growth toward surface.

Key Words: Fatigue, Iron and Steel, Surface Treatment, Subsurface Crack, TiN Coating, Ion-Nitriding, Duplex Surface Treatment

1. 緒 言

金属材料に表面改質処理を行うことによって、耐摩耗性、耐食性、耐熱性、耐疲労性などの高機能性を付与し、信頼性、安全性並びに経済性に優れた機械・構造用材料を開発しようとする研究が、近年活発に行われてきている。さまざまな表面改質処理法のなかで、材料表面に異なった物質を被覆することによって新しい層を形成して、表面に機能性を付与する表面改質処理(表面創製)法があり、気相コーティングによる各種セラミックス薄膜の被覆処理が注目され、処理技術の改善と処理材の機能性評価が活発に行われてきている^{(1)~(3)}。

著者らは、高硬度、耐摩耗性、耐食性、耐熱性などに優れたセラミックスに注目して、セラミックス薄膜を金属材料表面に被覆処理することによって各種機能性

の向上、とりわけ疲労強度の信頼性向上を目指した一連の研究を実施してきた^{(4)~(9)}。これまでに、窒化チタン(TiN)や窒化クロム(CrN)を物理的気相蒸着法(PVD)または化学的気相蒸着法(CVD)で被覆処理した炭素鋼の疲労試験を行い、大気中並びに腐食環境中の疲労強度が未被覆材と比較して向上することを明らかにしてきた。TiNまたはCrNの被覆処理による炭素鋼の疲労強度向上は、大気中では硬質被膜の存在による試験片表面層の塑性変形の拘束と疲労き裂発生の抑制によるものである^{(9)~(12)}。また、腐食疲労強度の被覆処理による向上は大気中の機構に加えて被膜自身の化学的安定性と良好な耐食性による環境遮断効果によるものである⁽⁵⁾⁽⁹⁾。

ところで、各種表面改質処理を組み合わせることによって、より高機能かつ多機能な表面特性を得ることが可能であると考えられる。組合せの方法はさまざまな手法が考えられるが、近年プラズマ利用複合表面処理が注目されている。これはプラズマ利用表面工学分野の実用化に伴って、プラズマ利用拡散処理であるプラズマ(イオン)窒化とプラズマ利用によるセラミックス

* 原稿受付 1998年2月27日。

^{*1} 正員、富山大学工学部(〒930-8555 富山市五福3190)。

^{*2} 富山大学大学院[現:三菱電機(株)]。

^{*3} YKK(株)(〒938-8601 黒部市吉田200)。

の被覆処理の二つを組合わせた処理法であり、耐摩耗性と耐食性に優れた特性の得られることが報告されている^{(13)~(15)}。しかし、表面改質処理の組合せ(複合表面改質処理)に関する研究は少なく、改質技術とその機能性評価は今後の研究課題である。

本研究は、各種表面改質処理による金属材料の疲労強度特性を明らかにすること、およびそれによる疲労強度信頼性の向上に関する研究の一環として、イオン窒化処理の一種であるプラズマ光輝窒化処理、PVD法による TiN 被覆処理およびこれら両者の複合表面改質処理を施した合金工具鋼(SKD 61)の大気中疲労試験を行い、疲労強度特性に及ぼすこれら表面改質処理の影響について検討した。とりわけ、複合表面改質処理材の疲労強度特性に及ぼす TiN 被膜の影響に注目して考察を行った。

2. 供試材および実験方法

2.1 供試材 本実験に用いた試験片材料は市販の熱間金型用合金工具鋼 SKD 61 であり、その化学組成(wt.%)は 0.38 C, 1.07 Si, 0.44 Mn, 0.010 P, 0.001 S, 5.08 Cr, 1.40 Mo, 0.89 V である。供試材は 1293 K/1.0 h 空冷, 823 K/3.0 h 炉冷を 2 回, 833 K/2.5 h 空冷の四段階の熱処理を施した後、つかみ部直径 11 mm, 最小断面直径 5 mm の砂時計型疲労試験片(弾性応力集中係数 $K_t=1.03$)に機械加工した。試験片表面は#2000 までのエメリー紙研磨を行い、3 μm のダイヤモンドペーストでラップ仕上げを施した後、後述する各種表面改質処理を施した。熱処理後の試験片の機械的性質は、0.2%耐力 $\sigma_{0.2}=1341\text{ MPa}$, 引張強さ $\sigma_B=1789\text{ MPa}$, 伸び $\delta=8.6\%$, 断面縮小率 $\psi=49.6\%$, ビッカース硬さ $HV=640$ である。

2.2 表面改質処理 試験片表面には以下の 3 種類の表面改質処理を施した。

(1) PVD 法による厚さ 2.5 μm の TiN 被覆処理(以後、被覆処理材と呼ぶ)。

(2) 試験片を窒化雰囲気中のプラズマ中(窒化処理温度 773 K 以下)に置くことによる窒化処理(プラズマ光輝窒化処理, 以後、窒化処理材と呼ぶ)。

(3) 上記(2)のプラズマ光輝窒化処理後、(1)の TiN 被覆処理を行う複合表面改質(以後、複合処理材と呼ぶ)。

なお、プラズマ光輝窒化処理は試料の表面粗さや光輝性などの表面特性を保持したまま窒化可能な新しい手法であり、表面に化合物層を形成させずに窒化が可能で、窒化層の高品質化、無公害、経済性の観点から注目されている。本供試材ではプラズマ光輝窒化処理

後の表面には化合物は生成されておらず、処理後そのまま実験に供した。また、(3)の処理においても、プラズマ光輝窒化処理後に連続して TiN 被覆処理を実施した。

2.3 実験方法 疲労試験は回転速度 1780 rpm (29.7 Hz)の片持回転曲げ疲労試験機を用いて、室温、実験室雰囲気中で行った。試験片表面および破面の観察は光学顕微鏡と走査形電子顕微鏡(SEM)を用いた。

表面改質材の X 線残留応力分布の測定は別に用意した板状試験片(15 \times 20 \times 7 mm³)を用いて、通常の $\sin^2\psi$ 法によった。特性 X 線には Cr-K α 線 [Fe (211)回折面, V フィルタ] を使用し、平行ビーム法で ψ 一定の並傾法による位置敏感形検出器方式 (PSPC) を採用した。測定条件は、管電圧 40 kV, 管電流 100 mA, 照射面積 $\phi 5\text{ mm}^2$, 走査ステップ幅 1 $^\circ$, 積算時間 30 s である。

3. 実験結果

3.1 表面改質層の特性評価 図 1 に窒化処理材および複合処理材の試験片表面近傍深さ方向のビッカース硬さ分布を示す。なお、硬さ測定は前述の板状試験片を用いてビッカース微小硬度計により、荷重 25 gf, 保持時間 30 秒の条件で行った。両処理材とも表面近傍で硬さが著しく向上し、窒化の効果が認められる。なお、窒化層の深さは 60~70 μm 程度であり、窒化処理材と複合処理材に差は認められず、また、硬さ分布にも両者の相違はない。

図 2 は X 線残留応力測定結果である。図 2(a) に残留応力 σ_r の試験片深さ方向分布を、また、図 2(b) に半価幅分布を示す。なお、深さ方向分布は電解研磨により逐次表面層を除去しながら測定した結果であり、表面層除去による影響の補正は行っていない。残留応力および半価幅の分布に窒化処理と複合処理の差は認められない。窒化層には圧縮の残留応力が生じ

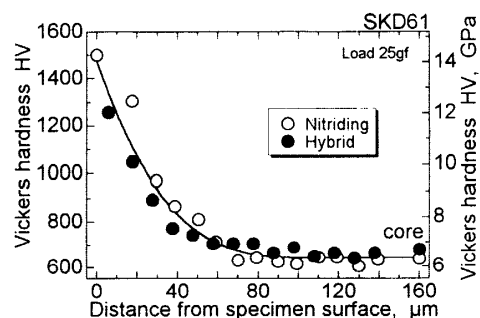


Fig. 1 Vickers hardness distribution in surface treated specimens

ており、その最大は表面で約 1.3 GPa である。また、圧縮残留応力の生じている領域は硬さ分布と同様 60~70 μm 程度である。半価幅は表面部で最大であり、内部方向で単調に減少する傾向を示すが、半価幅の変化している領域は表面から 20~30 μm 程度であり、硬さや残留応力の変化領域に比べて小さい。

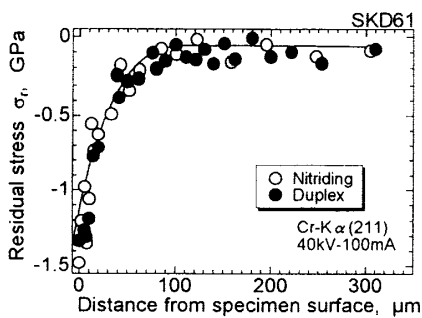
TiN 被膜の基材への密着性を評価するために、アコースティック・エミッション(AE)付自動スクラッチ試験機を用いてスクラッチ試験を行った。測定法は日本機械学会基準 JSME S 010⁽¹⁶⁾ に準拠し、ダイヤモンド圧子先端半径 0.2 mm、試料移動速度 10 mm/min、荷重負荷速度 100 N/min である。その結果、AE 検出による臨界荷重 L_c (AE-II) は被覆処理材で 26.7 N、複合処理材で 45.9 N、また、金属顕微鏡観察によって被膜割れを生じる荷重 L_c (AE-I) は前者で 23.3 N、後者で 42.9 N であった。したがって、基材に前処理として窒化処理を施した複合処理材の TiN 被膜密着性は、基材に TiN のみを被覆したものに比べて、大幅に改善されていることが理解できる。

3.2 S-N 線図 3 種類の表面改質材および表面改質処理を施さない試験片(未処理材と呼ぶ)の S-N 線図を図 3 に示す。実験後の破面観察の結果(後述)、疲労き裂発生起点は各々異なり、試料表面の介在物(/印)、試料内部の介在物(f印)および試料表面の介在

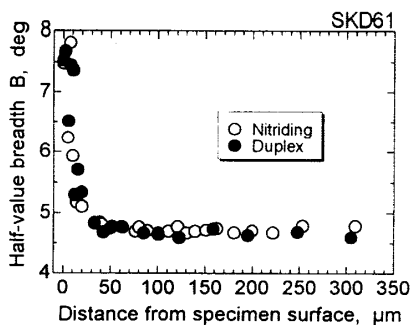
物の無い無特徴(無印)に分類された。したがって、これらの種別を図中の実験点に付記した。図 4 は図 3 より求めた表面改質材の疲労強度向上率を示す。疲労強度向上率は、未処理材の時間強度と表面改質材のそれとの比として定義した。

これらの図より、3 種類の表面改質材の疲労強度は未処理材のそれに比較して向上するが、その程度は、処理法および応力振幅に依存する。被覆処理材は未処理材に比較して疲労強度は向上し、その向上率は 14% (10^5 回時間強度)~23% (10^7 回時間強度)であり、低応力振幅・長寿命領域で増加する傾向を示す。両材の疲労き裂発生起点は表面のすべり変形または表面の介在物であったことから、被覆処理による疲労強度向上の機構は、著者らがこれまでに指摘してきたように⁽⁴⁾⁽⁹⁾、表面に存在する高硬度被膜によるき裂発生抑制効果である。

一方、窒化処理材および複合処理材の疲労強度は高応力振幅・短寿命領域で大幅に向上し、 10^5 回時間強度における向上率は前者で 30%、後者で 45% である。複合処理材の疲労強度が窒化処理材のそれに比較して向上していることから、被覆の効果が明確に認められる。しかし、これら 2 種類の処理材の疲労強度の向上は低応力振幅・長寿命領域で低下する。 10^7 回時間強度における窒化処理材の向上率は 15% であり、一



(a)



(b)

Fig. 2 Distribution of residual stress and half-value breadth in surface treated specimens

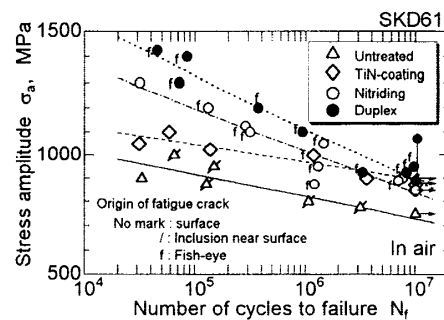


Fig. 3 S-N curves obtained by rotary bending fatigue tests in air

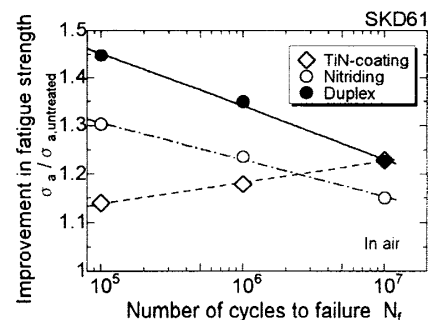


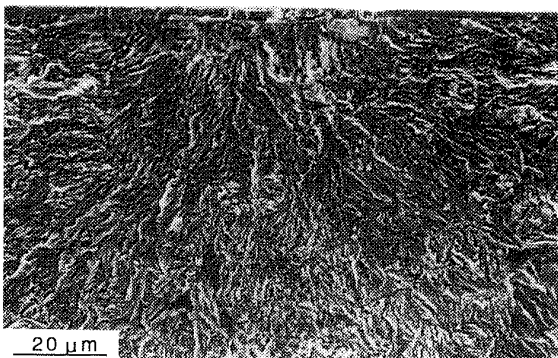
Fig. 4 Improvement in fatigue strength by surface treatment

方、複合処理材のそれは23%となり、被覆処理材と同程度の疲労強度を示して、見かけ上空化処理の効果が消失する。窒化処理材並びに複合処理材の疲労強度の向上は試料表面近傍の高硬度層と圧縮残留応力の存在に起因する。これら2種類の表面改質材の疲労き裂発生起点は試験片内部の介在物であり、明りょうなフィッシュ・アイが観察された(後述の図5)。未処理材および被覆処理材の疲労き裂発生起点が表面であることに対して、内部き裂発生への変化も疲労強度向上の原因である。しかし、複合処理材の疲労強度が窒化処理材のそれに比較して向上することは、被膜の存在がフィッシュ・アイ型疲労破壊を生ずる場合に対しても有効に働き、被膜が表面き裂発生抑制効果として作用するのみでなく、内部き裂の発生またはその進展に対して影響することを意味しており興味深い。この点は後に考察する。なお、窒化処理を施した2種類の試験片の長寿命域における疲労強度の急激な低下は、残留応力の疲労過程における緩和・消失であると考えら

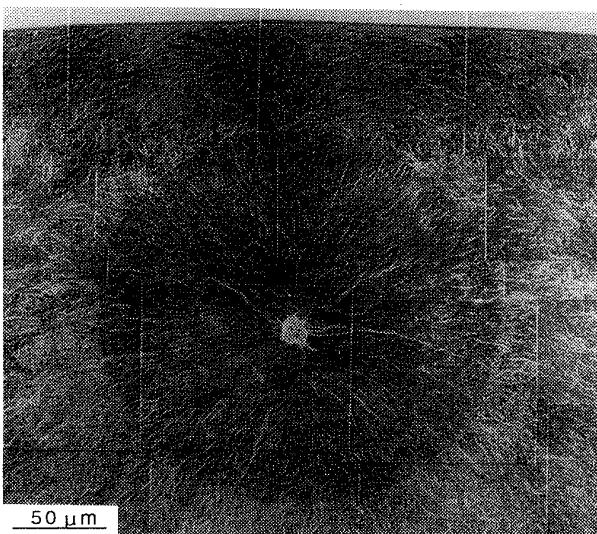
れるが、詳細は不明である。このことは実用上も重要な点であり、今後の課題である。

3.3 フラクトグラフィ 疲労破面のSEM観察結果の例を図5に示す。図5(a)は被覆処理材のき裂発生起点近傍の観察結果であり、被膜下部の基材部よりき裂が発生している。発生起点は表面部に存在する介在物を起点とする場合とそうでない場合が観察された。図5(b)は複合処理材に観察されたフィッシュ・アイ型疲労破壊を示す。窒化処理材にも同様な破面が観察された。試験片内部の介在物から発生したき裂は同心円状に進展してフィッシュ・アイを形成するが、破面に見られる円形状の境界は試験片表面下部に存在する。通常、表面改質の施されていない試料に観察されるフィッシュ・アイは表面層まで達しているが¹⁷⁾⁽¹⁸⁾、本実験で観察されたフィッシュ・アイの様相は表面部の硬化および圧縮残留応力によって生ずる表面改質材特有のものであると思われる^{(19)~(21)}。なお、内部き裂発生起点は、EPMA観察の結果、アルミナ系介在物であった。

図6は、試験片表面から内部き裂発生起点の介在物中心までの距離 d_{inc} (図7参照) と応力振幅 σ_a の関係を求めた結果である。 d_{inc} はすべて $90 \mu\text{m}$ 以上であ



(a) TiN coating specimen, $\sigma_a=1100 \text{ MPa}$



(b) Duplex surface treated specimen, $\sigma_a=1100 \text{ MPa}$

Fig. 5 Fractographic observation of fatigue fracture surface

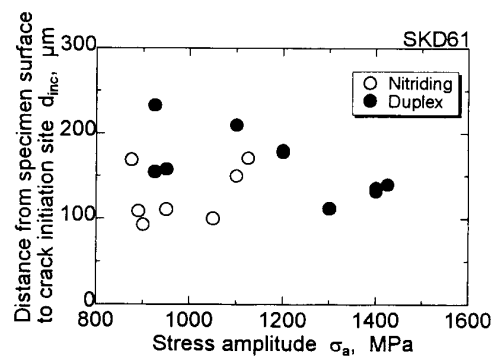


Fig. 6 Experimental relationship between distance from specimen surface to inclusion and stress amplitude

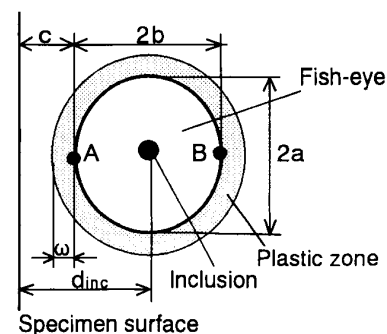


Fig. 7 Definition of size dimensions measured near fish-eye

り、窒化処理材と複合処理材との間に有為な差違は認められず、また、応力振幅依存性もない。 $d_{inc} > 90 \mu\text{m}$ は、図1および図2からわかるように、表面改質によって生じた圧縮残留応力の存在しない位置であり、また硬さの上昇のない位置である。

次に、破面上に観察されたフィッシュ・アイの形状について検討するために、フィッシュ・アイの試験片半径方向長さ $2b$ 、および接線方向長さ $2a$ (図7参照) を測定した。図8に $2b$ および a/b と応力振幅 σ_a の関係を示す。フィッシュ・アイの直径はほぼ $150 \sim 350 \mu\text{m}$ であり、応力振幅の低下によって若干大きくなる傾向を示す。また、その形状はほぼ円形であるが、応力振幅の低下に伴って接線方向に伸びた楕円形状になる傾向を示す。しかし、これらフィッシュ・アイの寸法および形状に窒化処理材と複合処理材の顕著な違いは認められない。

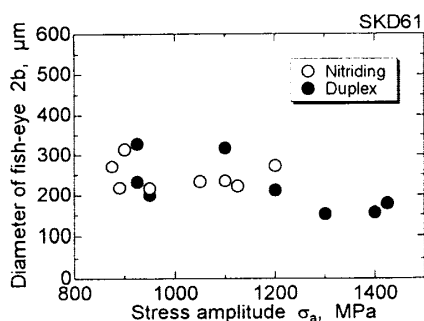
試験片内部の介在物を起点として発生したき裂は、ほぼ同心円状に進展し、フィッシュ・アイ境界部は試験片表面下部に存在する。その境界位置 (図7中の点A) と試験片表面との距離 c を求め、応力振幅 σ_a との関係で整理した結果を図9に示す。図9より、窒化処理材の c は $20 \sim 50 \mu\text{m}$ の値を示し、応力振幅の増加によって c の値は増加する傾向を示す。一方、複合処

理材の c は窒化処理材よりも大きく、 $50 \sim 65 \mu\text{m}$ であり、応力振幅依存性が小さいことがわかる。フィッシュ・アイ境界部の形成は、内部き裂の進展が表面層の影響を受けて変化したことによって生ずるものと考えられる。フィッシュ・アイ境界の試験片内部における形成は圧縮残留応力の存在する領域や高硬度層によって影響される。しかし、窒化処理材と複合処理材にこれらの相違が認められなかったことから、両表面改質材間における c の相違は被膜の存在の有無に起因する結果であり、表面に存在する被膜が内部き裂の表面方向への進展を拘束しているものと推察される。この点については後に詳しく考察する。

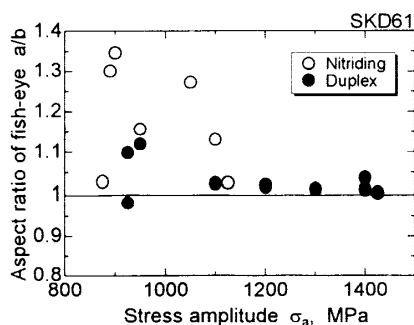
4. 考 察

本供試材の大気中疲労強度は窒化処理によって向上し、窒化処理後の試験片表面に TiN の被覆処理を施した複合処理によってさらに向上することが明らかとなった。これら表面改質材の疲労強度向上の理由は、表面層に形成された圧縮残留応力と高硬度層の影響により、表面き裂発生が抑制されて、き裂発生起点が内部に移行したこと、並びに、内部き裂の進展および試験片表面への到達が表面層の影響によって遅延することによると考えられる。しかし、前述したように、両表面改質材間に残留応力分布並びに硬さ分布に差違が認められなかったことから、両材間の疲労強度の差違をこれらの分布からでは説明できない。緒言で述べたように、被膜の存在は表面疲労き裂の発生を抑制する効果は認められるものの、本供試材のように内部き裂発生を生じる場合には従来の考え方では本実験結果を説明できない。本章では、内部き裂の発生および進展に及ぼす被膜の影響について考察する。

4・1 内部き裂発生に及ぼす TiN 被膜の影響 内部き裂発生起点となった介在物を初期欠陥としたとき



(a)



(b)

Fig. 8 Experimental results of diameter and aspect ratio of fish-eye relating to applied stress amplitude

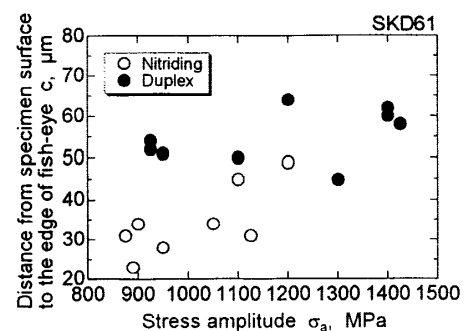


Fig. 9 Experimental relationship between distance from specimen surface to edge of fish-eye, c , and stress amplitude

の応力拡大係数 K_{inc} と破断繰返し数 N_f の関係を図 10 に示す。なお、 K_{inc} は式 (1) に示す微小欠陥の応力拡大係数の算出式として広く用いられている村上らの式に準拠して算出した⁽²²⁾。

$$K_{inc} = 0.5 \sigma_t \sqrt{\pi \sqrt{area_{inc}}} \dots \dots \dots (1)$$

ただし、 $area_{inc}$ は介在物の破面に垂直な投影面積であり、 σ_t は破壊起点となった介在物が存在する深さでの残留応力および負荷応力こう配を考慮した真の応力である ($\sigma_t = \sigma_{max} + \sigma_r$, σ_{max} : 介在物位置での最大負荷応力, σ_r : 介在物位置での残留応力)。図 10 より、 K_{inc} と N_f の間には緩やかな右下がりの直線関係が認められ、窒化処理材に比べ複合処理材のほうが若干下側にある。

鈴木ら⁽²³⁾ は、内部き裂発生起点となった介在物の周りには平坦なファセットが認められ、このファセットがメゾき裂形成ゾーンであり、疲労を支配する本質的なメゾ構造因子であることを提案している。本実験においても詳細な観察の結果、介在物のまわりに同様なファセットが認められた。ファセットの破面に垂直な投影面積 $area_{facet}$ を求めて、式 (1) と同様な計算により応力拡大係数 K_{facet} を求めた。図 11 に K_{facet} と N_f の関係を示す。図 11 より、図 10 と同様な関係が認められる。

以上より、き裂発生起点近傍における応力拡大係数を基にした議論からは窒化処理材と複合処理材との間の疲労寿命の差違を明確にすることはできない。したがって、複合処理材の表面に存在する被膜は内部き裂発生起点に対して影響しないと考えられ、両表面改質材間の疲労寿命の差違はき裂進展挙動にその原因を求める必要がある。

4.2 内部き裂進展に及ぼす TiN 被覆の影響

介在物を起点として発生した内部き裂は同心円状に進展し、フィッシュ・アイの境界部は試験片表面より内部

の位置に存在する。この位置は図 9 に示したように、被膜の影響を受ける。別の実施した疲労過程での表面き裂の観察によると、内部き裂発生を示す試験片では破断寿命 N_f の 98% までは表面き裂が認められなかった。このことはフィッシュ・アイ形成とき裂が表面に到達するまでの期間が疲労寿命の大部分を支配していることになり、このき裂進展期間に被膜の有無が影響する。ここでは、フィッシュ・アイ境界部に注目して、破壊力学的立場から被覆の影響を考察する。

図 7 に示したフィッシュ・アイ境界部の点 A および点 B の応力拡大係数 K_{edge} を次式 (2) によって算出した⁽²⁴⁾。

$$K_{edge} = F \cdot \sigma_t \sqrt{\pi b} \dots \dots \dots (2)$$

ただし、

$$F = M / \phi$$

$$\phi = \begin{cases} E(k), & k = (1 - b^2/a^2)^{1/2} \quad (b \leq a) \\ (b/a)E(k'), & k' = (1 - a^2/b^2)^{1/2} \quad (b > a) \end{cases}$$

$$E(k) = \int_0^{\pi/2} \sqrt{1 - k^2 \sin^2 \theta} d\theta \cong \frac{\pi}{2} \left(1 - \frac{1}{4} k^2 \right)$$

なお、式中の σ_t は点 A および点 B の負荷応力こう配並びに残留応力を考慮した真の応力である。また、 M は文献 (24) を参考にした。図 12 に点 A および点 B の応力拡大係数 K_{edge} と試験片表面からフィッシュ・アイ境界までの距離 c および c をフィッシュ・アイの直径 $2b$ で除した値 ($c/2b$) の関係を示す。図 12 より、両表面改質材間の K_{edge} に差違が認められ、距離 c または $c/2b$ が大きくなると K_{edge} は大きくなる。また、点 A と点 B の応力拡大係数を比較すると、後者のほうが前者よりも大きく、内部き裂は試験片中心部方向に進展しやすいことが推察される。

フィッシュ・アイの境界が試験片内部に形成され、複合処理材と窒化処理材で異なる原因を明らかにするために、き裂先端に形成される塑性域寸法を求めて考察した。フィッシュ・アイの境界の点 A に形成される

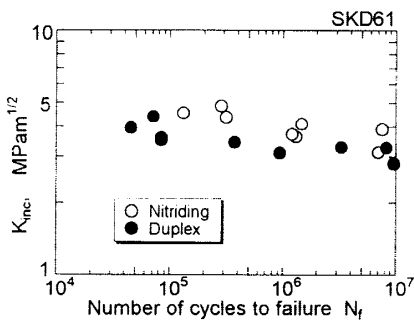


Fig. 10 Experimental relationship between stress intensity factor calculated from inclusion size, K_{inc} , and number of cycles to failure, N_f

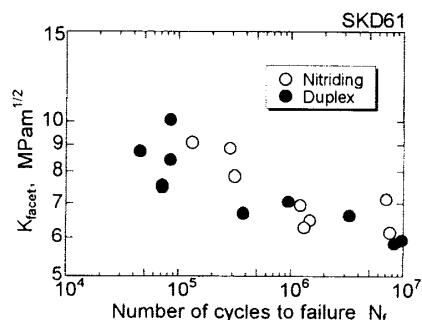


Fig. 11 Experimental relationship between stress intensity factor calculated from facet size near inclusion, K_{facet} , and number of cycles to failure, N_f

塑性域寸法 ω を次式によって求めた,

$$\omega = \frac{\pi}{8} \left(\frac{K_{edge} \text{ at } A}{\sigma_{0.2}} \right)^2 \dots\dots\dots (3)$$

なお, $\sigma_{0.2}$ は材料の降伏応力であるが, 表面改質層の降伏応力は不明であるため, 未処理材のそれ 1341 MPa を用いた. 図 13 は $(c-\omega)$ と応力振幅 σ_a および c の関係である. なお, $(c-\omega)$ はフィッシュ・アイ境界の点 A に形成された塑性域先端から試験片表面までの距離である. 図 13(a) より $(c-\omega)$ は σ_a の増加によって低下するが, 窒化処理材に比べて複合処理材のほうが大きな値を示す. 図 13(b) より, 窒化処理材の $(c-\omega)$ は若干ばらつきは大きい c に対してほぼ一定値を示し, その平均は 21 μm である. この値は図 2(b) に示した X 線半価幅が窒化処理によって大きく変化し, 結晶格子が顕著に乱れている領域と対応する. すなわち, 試験片表面下部でのフィッシュ・アイ境界の形成は内部き裂先端に形成される塑性域寸法の影響を受けて決まるものと考えられる. 一方, 複合処理材の $(c-\omega)$ はばらつきが大きい c に対しては $(c-\omega)$ 値の全実験点 (9 点) の平均は 30 μm , また大きくばらついた 3 点 (図中のカッコ付きの点) を除いた平均は 34 μm であり, 窒化処理材と比べて有為な差違がある. この差違は

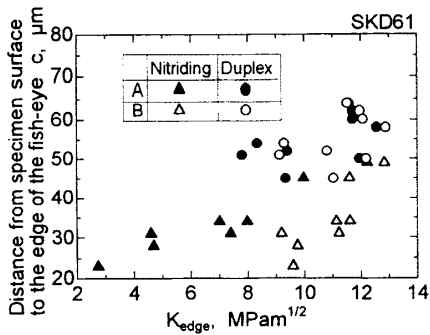
TiN 被膜の存在の有無に関係していると推察される.

本表面改質材の疲労破壊過程は次のように考えられる. 介在物を起点として発生したき裂は同心円状に進展するが, 試験片表面方向への進展は表面改質層の影響のために停留または停止し, 試験片内部方向への進展が優先され, 限界寸法のき裂に成長した時点で試験片は最終破壊を生ずる. TiN 被膜の影響を受けて表面より深い位置にフィッシュ・アイの境界を形成する複合処理材では, 曲げによる負荷応力こう配の影響を受けて内部方向へのき裂進展が窒化処理材に比較して遅くなり, き裂進展寿命が大きくなると考えられる.

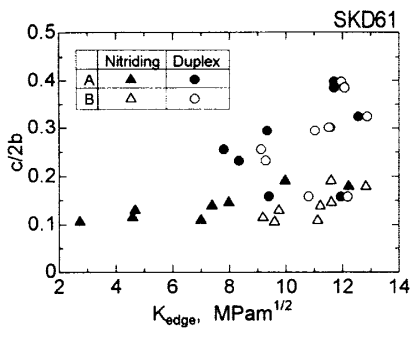
5. 結 言

TiN 被覆処理, プラズマ光輝窒化処理, およびこれらの両者を複合した 3 種類の表面改質処理を施した SKD 61 鋼の大気中疲労試験を行い, 疲労強度特性に及ぼす表面改質の影響について検討した. 得られた結果をまとめると, 以下のとおりである.

- (1) 3 種類の表面改質処理によって, 疲労強度は未処理材に比較して向上する. 向上の程度は複合処理材が最も大きく, 次いで, プラズマ光輝窒化処理材, TiN 被覆処理材の順であった. なお, 表面改質による疲労強度の向上は短寿命域で大きく, 長寿命域では低下し, 複合処理材と TiN 被覆処理材が同程度とな

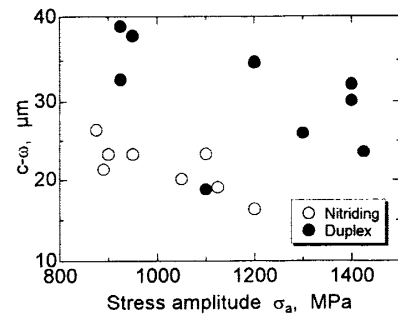


(a)

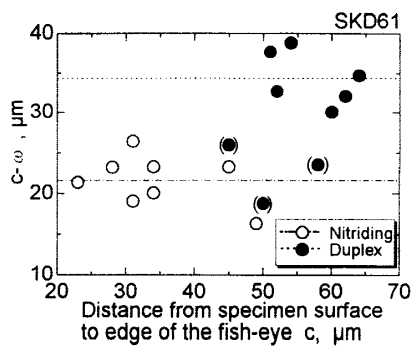


(b)

Fig. 12 Experimental relationship between c and $c/2b$ and stress intensity factor, K_{edge} , calculated from edge of fish-eye



(a)



(b)

Fig. 13 Effect of surface treatment layer on formation of plastic zone at the edge of fish-eye

る。

(2) 未処理材および TiN 被覆処理材の疲労き裂発生起点は表面であるのに対して、プラズマ光輝窒化処理材および複合処理材ではアルミナ系介在物を起点とする内部き裂発生型に変化し、フィッシュ・アイを形成する。

(3) フィッシュ・アイ境界部は表面層の影響によって試験片表面内部に形成される。この境界部はプラズマ光輝窒化処理材に比べて複合処理材のほうが深い位置に存在する。

(4) TiN 被覆処理材の疲労強度向上の原因は TiN 被膜による表面き裂発生抑制である。一方、プラズマ光輝窒化処理および複合処理材のそれは表面層の圧縮残留応力と高硬度によるき裂発生起点の内部方向への遷移と、内部き裂進展の抑制によるものであるが、さらに、TiN 被膜の影響によって内部き裂進展が拘束される可能性が示唆された。

終わりに、本研究の実施に対して協力を得た富山大学工学部技官・友坂敏信氏、並びに卒業研究の一環として協力を得た当時富山大学学生・貝沼克彦、加茂川大の両君に謝意を表す。

本研究は、平成 9 年度科学研究費補助金 [基盤研究 C(2), No.09650092] の交付を受けて実施したものであり、関係各位に謝意を表す。

文 献

- (1) 表面技術協会編, PVD・CVD 皮膜の基礎と応用, (1994), 195, 横書店.
- (2) 田畑三郎・黄燕清編著, 真空技術による高機能コーティング, (1987), 231, 日刊工業新聞社.
- (3) 塩澤和章, 機械の研究, **47-9** (1995), 913-922.
- (4) 塩澤和章・大島誠司, 材料, **39-442** (1990), 927-932.
- (5) 塩澤和章・大島誠司, 材料, **39-442** (1990), 958-964.
- (6) Shiozawa, K., Nishino, S. and Handa, K., *JSME Int. J.*, Ser. I, **35-3** (1992), 347-353.
- (7) 塩澤和章・韓玲, 機論, **59-559, A** (1993), 733-740.
- (8) 塩澤和章・本林功・園部勝, 材料, **45-1** (1996), 26-31.
- (9) 園部勝・塩澤和章, 材料, **46-9** (1997), 1070-1076.
- (10) Dundurs, J. (Mura, T. 編), *Mathematical theory of dislocations*, (1969), 70-115.
- (11) Morita, T., Saito, K. and Shimizu, M., *Theoretical Appl. Mech.*, **44** (1995), 137-144.
- (12) 松英達也・英崇夫・池内保一, 材料, **45-10** (1996), 1119-1124.
- (13) 安丸尚樹, まてりあ, **35-9** (1996), 969-975.
- (14) 安丸尚樹・土田耕三・佐治栄治・伊部壽夫, 日本金属学会誌, **56-1** (1992), 104-110.
- (15) Korhonen, A. S., Sirvio, E. H. and Sulonen, M. S., *Thin Solid Films*, **107** (1983), 387-394.
- (16) 日本機械学会基準, ドライコーティング膜の欠陥評価試験法, JSME S010 (1996), 6-10, 日本機械学会.
- (17) 村上敬宜・高田昌幸・鳥山寿之, 材料, **46-10** (1997), 1149-1154.
- (18) 金澤健二・西島敏, 材料, **46-12** (1997), 1396-1401.
- (19) Cowling, J. M. and Martin, J. W., *Met. Technol.*, **8-8** (1981), 289-296.
- (20) 増田千利・西島敏・下平益夫, 機論, **49-440, A** (1983), 413-423.
- (21) 堀川武・中村宏・河村昌彦・川崎一博・三阪佳孝, 材料, **46-11** (1997), 1242-1247.
- (22) 村上敬宜, 金属疲労・微小欠陥と介在物の影響, (1993), 15, 養賢堂.
- (23) 鈴木秀人・西野創一郎・米倉清治, 機講論, No. 96-10, B (1996-10), 329-330.
- (24) Murakami, Y. (Editor-in-Chief), *Stress Intensity Factors Handbook*, (1992), 734-741, Pergamon Press.