

## 浸炭処理を施した実体部品の昇温脱離法を用いた 水素吸蔵量測定による耐遅れ破壊性評価の検討

Studies on linking characteristics of delayed fracture of carburized parts to hydrogen concentration measured by thermal-desorption analysis

井上 陽一 太田 敏也

### 要旨

遅れ破壊とは部品に負荷を与えてからある時間経過後に微量の水素により生ずる脆性破壊であり、高強度な鋼を用いる場合最も留意すべき重要な特性である。しかし、実際に部品を扱う設計者、製造技術者に遅れ破壊の特性と危険性が十分認識されているとは言えない。そこで、本稿では合金鋼に浸炭処理した部品の遅れ破壊特性を昇温脱離法により評価する手法を検討したので紹介する。

### Abstract

Delayed fracture is a brittle fracture occurring after time has elapsed caused by absorption of hydrogen during processing of parts. This is the most critical characteristic in high-strength steel usage, particularly if the parts are undergoing tensional forces. However, the risk involved and characteristics of delayed fracture are not well recognized in practice by part designers and manufacturing engineers. This report introduces studies on linking characteristics of delayed fracture of carburized parts (made with high-strength steel) to hydrogen concentration measured by thermal-desorption analysis.

## 1 はじめに

輸送機器のエンジンを構成する各種部品には破壊の起点となる表面の硬さを確保しつつ、内部の靱性の確保が可能な表面改質技術が広く適用されている。鋼の表面改質技術として代表的な浸炭焼入れ焼戻し、高周波焼入れ焼戻し処理は、鋼のマルテンサイト変態を利用した強化法である。鋼のマルテンサイトは、鋼の強化機構である固溶強化、転位強化、結晶粒微細化強化、析出強化により、高い強度を持つ<sup>1)</sup>。図1に当社モーターサイクルのトランスミッションを示す。

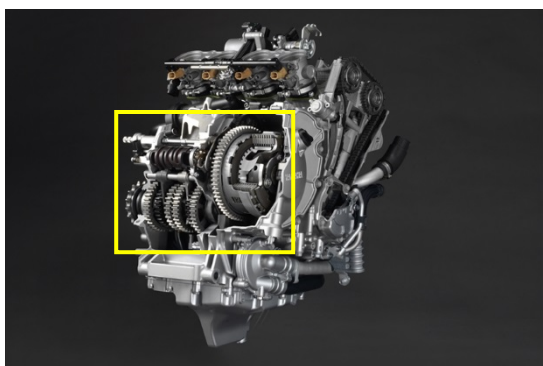


図1 モーターサイクルのトランスミッション

当社ではさまざまなエンジン部品に浸炭処理が施されている。たとえば、モーターサイクルではクランクシャフトからの回転力を、クラッチを介して伝えるメインシャフトやそれに組み付けられる各種ミッションギア、またスプロケットを介して後輪を回転させるドライブシャフトなどに浸炭処理が用いら

れている。

一方、高強度化された鉄鋼材料では使用中に起こる遅れ破壊の問題が存在している。遅れ破壊は、製造工程で侵入した水素や環境中から侵入した材料中の水素により、応力負荷状態で、ある時間経過後に割れが発生する現象である<sup>2)</sup>。材料中の水素は、転位、空孔、粒界、析出物等の欠陥にトラップされていることが知られている(以下、トラップサイト)<sup>3)</sup>。浸炭焼入れ焼戻しや高周波焼入れ焼戻しを施した材料は、非表面改質材料と異なり、強度や組織状態に勾配が存在するため、組織の一部分を評価するのみでは、実体部品の設計指針となる評価が困難である。

前出のメインシャフト(図2)では先端部分にクラッチ部品が締結されるため、従来はネジ部の遅れ破壊防止のため部分的に浸炭硬化を防ぐ目的で防炭処理を行っていた。

しかし、防炭処理は防炭剤の塗布と乾燥に工数と時間を要し、また防炭剤が浸炭炉壁へ付着し炉の交換サイクルを早めてしまう弊害があった。そこで近年防炭処理に代わる工法として部分的に高周波加熱により焼戻す方法が広く使われるようになってきている。しかし、防炭処理したものと浸炭処理したものを高周波で焼戻したものとでは炭素量、組織が



図2 メインシャフト

異なるため遅れ破壊特性を統一して評価するのが困難であった。

そこで著者らは、表面改質材の遅れ破壊特性の評価を行うために、浸炭処理を行った材料の焼戻し条件を変化させた後、水素チャージを行い、昇温脱離法<sup>4)</sup>を用いて水素放出曲線の比較を行うことで、実体部品に用いられる表面改質処理による遅れ破壊特性変化の評価を試みたので、その内容について報告する。

## 2 実験方法

### 2-1. 供試材の化学成分

本実験では浸炭焼入れ焼戻し部品に広く使われる肌焼き鋼 JIS SCM420H 材を用いて試験を実施した。使用した材料の化学成分を表 1 に示す。

表1 化学成分 (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0.21	0.17	0.77	0.012	0.021	1.12	0.16

### 2-2. 試験片作製方法

供試材はφ 35 の丸棒を図 3 に示す試験片形状に削り出し、表 2 に示す 5 仕様の条件で熱処理したテストピースを準備した。浸炭処理はすべて図 4 の熱処理条件にて行った。

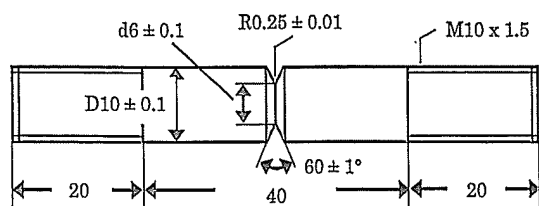


図3 試験片形状

表2 熱処理条件

(A)	浸炭焼入れ+200°C×1.5hr 炉焼戻し
(B)	防炭後浸炭焼入れ+200°C×1.5hr 炉焼戻し
(C)	浸炭焼入れ+200°C×1.5hr 炉焼戻し+620°C×1.5hr 炉焼戻し
(D)	浸炭焼入れ+200°C×1.5hr 炉焼戻し+400°C×5sec 高周波焼戻し
(E)	浸炭焼入れ+200°C×1.5hr 炉焼戻し+700°C×5sec 高周波焼戻し

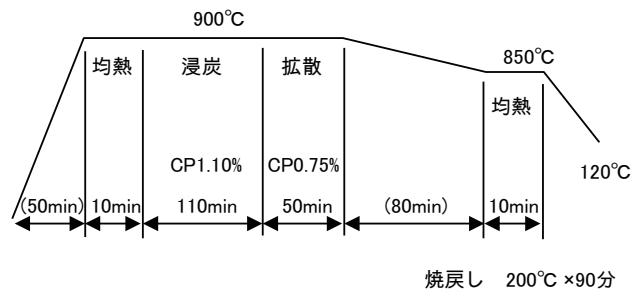


図4 浸炭条件

### 2-3. 試験片組織と硬さ

作製した試験片各 5 仕様について切欠き底断面を鏡面研磨後ナイタル腐食し、光学顕微鏡および電子顕微鏡 (SEM) にて観察した。また、試験片の切欠き底からの断面硬さ分布をマイクロピッカース硬度計にて測定した。

### 2-4. 浸漬試験

作製した試験片の各 5 仕様について遅れ破壊特性を確認するため浸漬試験を行った。各試験片はアセトン中にて脱脂後、試験溶液に浸漬した。試験溶液は 20% チオシアン酸アンモニウム水溶液 (5L)、試験温度は室温、試験期間は 3 日間とした。試験終了後は水洗、乾燥し、水素の散逸を防止するため、直ちに低温冷凍庫 (-70°C) 中にて分析直前まで保管した。水素の分析は水冷マイクロカッターを用いて、測定部位から分析サンプル (切欠きを中心に幅 10mm) を採取し、切断面を湿式研磨しアセトンにて脱脂後、アルバック製 ST-200P 特型測定装置を用い 100°C /hr の昇温速度にて室温から 600°C の温度範囲で水素放出曲線の分析を実施した。

## 3 実験結果

### 3-1. 試験片の硬さ分布

各試験片の硬さ分布を図 5 に示す。表面硬さは試験片 (A) の浸炭品が高く、(B) の防炭品、(C) の 620°C 炉戻し品、(E) の高周波 700°C 戻し品の表面硬さは同等レベルとなっていた。これは (C) の 620°C 炉戻し品および (E) の高周波 700°C 戻し品の表面硬さが (B) の防炭品と同等となるように熱処理条件を設定したためである。(D) の高周波 400°C 戻し品は (A) の浸炭品と (B) の防炭品、(C) の 620°C 炉戻し品、(E) の高周波 700°C 戻し品の中間に近い表面硬さであった。(A)、(C)、(D)、(E) の浸炭処理品は表面から内部に向かい硬さが低下しており、(B) の防炭品は一定の硬度分布となっていた。

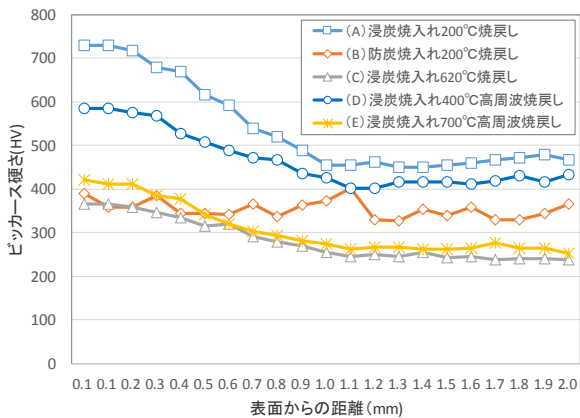


図5 硬さ分布

### 3-2. 試験片のマイクロ組織

各試験片のマイクロ組織を図6に示す。各熱処理条件の表層組織の特徴として、(A)の浸炭品は浸炭焼入れ焼戻し組織としては標準的な焼戻しマルテンサイト組織+残留オーステナイト組織である。(B)の防炭品は網状フェライトを含んだ不完全焼入れ組織となっている。(C)の620°C炉戻し品は微細パーライト組織となっている。(D)の400°C高周波戻し品、(E)の700°C高周波戻し品の焼戻し組織は、焼戻しマルテンサイト+若干の残留オーステナイトが見える。光学顕微鏡で確認したマイクロ組織では2つの組織に顕著な差は見られない。

### 3-3. 試験片の電子顕微鏡観察

各熱処理組織の差を比較するため電子顕微鏡で観察を行った。各試験片の電子顕微鏡写真を図7に示す。(A)の浸炭品はマルテンサイト+オーステナイト組織となっており、(B)の防炭品は網状フェライトを含んだ不完全焼入れ組織となっている。(C)の620°C炉戻し品は、フェライト+微細パーライト組織となっている。(D)の400°C高周波戻し品は、微細なマルテンサイト粒界と微細な炭化物が見える。(E)の700°C高周波戻し品はマルテンサイト粒界が不明瞭となり一部に針状の粒界が見える。(D)の400°C高周波戻し品と比較して全体的に炭化物の凝集が見られる。

### 3-4. 水素放出曲線

本調査で用いた昇温脱離法は、試料から放出される水素を測定し、得られた水素放出曲線により材料中の水素トラップサイトの種類や量の解析を行う方法である。遅れ破壊に影響する水素は、室温で材料中を拡散、離脱可能であることから「拡散性水素」と呼ばれており、水素放出曲線の250°C

ないし350°Cまでの量を拡散性水素量としている場合が多い<sup>5)6)7)</sup>。

拡散性水素の放出量は水素をトラップする材料中の欠陥の量に応じて増減するため、拡散性水素放出量は、遅れ破壊特性を表していると言える。また放出水素量を材料の損傷評価の指標とする試みも行われている<sup>8)</sup>。

各試料の水素放出曲線の比較を図8に示す。特徴的なのは(A)の浸炭品、(D)の400°C高周波戻し品に100°C付近と200°C付近の2つのピークが存在している点である。同様に(B)の防炭品にも小さなピークが存在している。またいずれの試料にも、100°C付近のピークが存在している。過去SCM420鋼、SCM435鋼で行われた同様の昇温条件の水素放出曲線の解析<sup>9)10)</sup>では、今回観察された100°Cと200°C付近の2つのピークが分離して存在している例は見当たらず、2つのピークが分離して存在するのは浸炭処理による特徴と考えられる。

2つのピークと熱処理条件の関係に注目するため170°Cまでの水素放出量と170°Cから250°Cまでの水素放出量に分けて考察を行う。170°Cまでの放出水素量は(A)の浸炭品と(D)の400°C高周波戻し品で多く、(B)の防炭品は、170°Cまでの放出水素量は全ての試料の中で一番少ない。(C)の620°C炉戻し品と(E)の700°C高周波戻し品はおおよそこれらの中間の値であった。

170°C~250°Cの第2ピークにおける放出水素量は、焼戻し温度に比例して減少しており、(A)の浸炭品に対し(D)の400°C高周波戻し品は約半分に減少、(C)の620°C炉戻し品と(E)の700°C高周波戻し品の放出量は、ほとんど確認されなかった。一方、(B)の防炭品にはピークが存在しており、(D)の400°C高周波戻し品と(C)の620°C炉戻し品の中間の値であった。

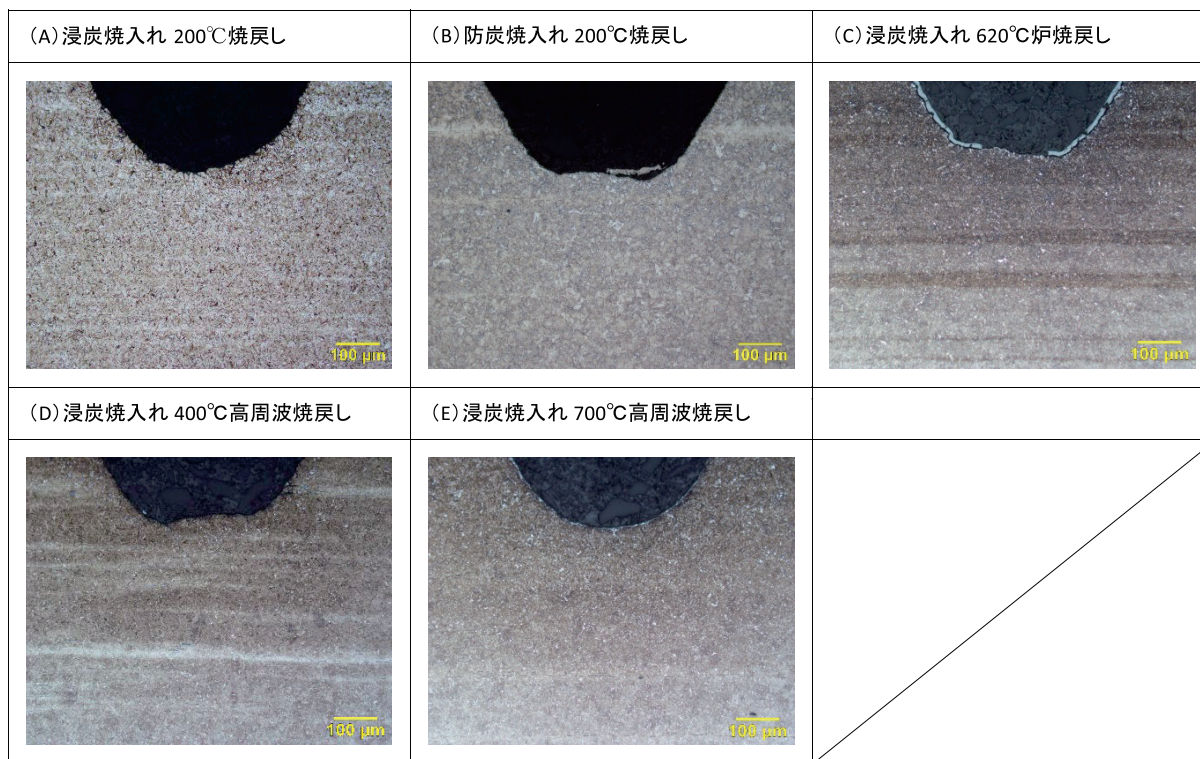


図6 ミクロ組織比較

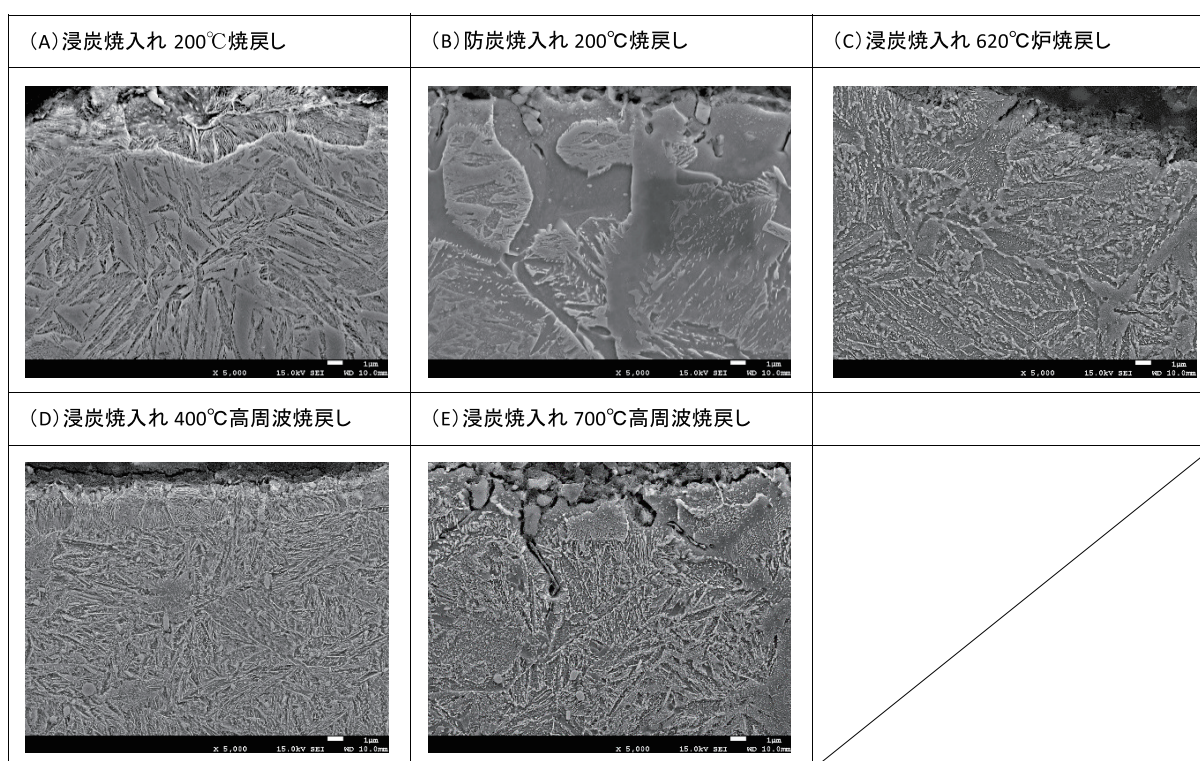


図7 電子顕微鏡写真

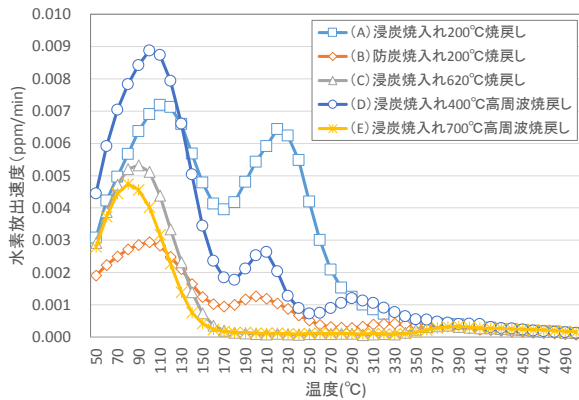


図8 水素放出曲線

### 3-5. 水素放出特性に及ぼす浸炭材組織の影響

浸炭処理や熱処理温度で遅れ破壊特性が変化する要因を考えるために、特にマルテンサイトと微細炭化物に着目して浸炭処理による金属組織と水素放出特性の関係について検討する。

浸炭処理を行うと表層の炭素濃度が増加し、焼入れ時にマルテンサイトへ変態する。焼入れままのマルテンサイトは、オーステナイト組織中に固溶した炭素が、急冷により拡散せず、炭素過飽和のフェライトとなる固溶強化機構と、変態時の転位の導入による転位強化機構によって高強度な組織となっている。

焼入れままのマルテンサイトを、200°Cで焼戻した場合、焼戻しマルテンサイトといわれる組織となる。焼戻しマルテンサイトは、炭素の固溶量が減少しているにもかかわらず高強度な組織を保っている。これは、焼戻しによって微細な炭化物の析出が起ることで発生する分散強化機構と考えられている。

今回調査に用いた浸炭処理品は、すべて200°C以上の温度で焼戻しを行っており、ミクロ組織は、図7の結果のように、残存するマルテンサイト粒界と微細炭化物を基本とした構造である。そこで、水素放出特性に対するマルテンサイト構造による転位強化機構と炭化物による分散強化機構の影響を検討することとする。

はじめに炭化物による分散強化の影響を検討する。本調査で用いた材料はCr、Moを含む合金鋼であるため、焼戻し時に析出する炭化物は、Fe<sub>3</sub>CとCr、Mo炭化物である。ここでFe<sub>3</sub>Cからの水素放出は500°C以上で起こる<sup>3)</sup>と言われており、今回の水素放出曲線範囲では現れない。CrやMo炭化物についても500°C以上の焼戻しで析出するため、焼戻しにより水素放出量が低下する現象とは一致せず、500°C

以上の焼戻しで水素放出曲線に新たなピークが生成していないため、影響は小さいか、無視できる範囲と考えられる。

次に転位の影響について考察を行う。上述のようにマルテンサイト変態時には、結晶構造の変化に伴う転位が大量に導入される。またマルテンサイトの焼戻し時に再結晶は起こらないため、低温の焼戻しでは結晶粒界は維持される。ここで図7の組織に注目すると、(A) 200°C焼戻し、(D) 400°C高周波焼戻しでは焼入れ時に生成したマルテンサイトの形状は消失しておらず、(C) 620°C炉焼戻し、(E) 700°C高周波焼戻しではマルテンサイト粒界が崩れている。これらの組織では低温焼戻し時に残っていたマルテンサイト粒界周辺の転位量も少なくなっていると考えられる。これらの検討結果から、水素放出曲線の第2ピークはマルテンサイト変態に伴い導入された転位が影響しており、転位の安定化により水素のトラップが抑制されたと考えられる。

### 3-6. 浸炭材の遅れ破壊特性改善方法

浸炭処理を行った場合、遅れ破壊特性の悪化につながる水素放出量の増加が認められた。そのため、静的な一定荷重が負荷されるような部位に浸炭強化を行った材料を用いる場合は、遅れ破壊特性を改善させる処理が必要である。

今回の試験条件では、炉で620°C焼戻し、高周波で700°C焼戻しを行った場合、防炭品と同等の水素放出量となったことから、遅れ破壊特性も改善されたと考えられる。

ただし、高強度を要求される部品に対して全体を焼戻す場合はそのメリットを生かせないため、高周波による部分焼戻しや防炭剤の塗布による浸炭抑制が遅れ破壊特性の改善に効果的である。

## 4 おわりに

浸炭部品の遅れ破壊特性を評価することを目的として、熱処理条件によって金属組織を変化させた試験片に水素チャージを行った後、水素の昇温脱離法による分析を行った結果、以下の知見を得た。

1. 浸炭処理を行った材料では、昇温脱離曲線に大きなピークが発生し、それはマルテンサイト変態によるマルテンサイト粒界周辺の転位によると推定した。
2. 高温焼戻しを行うとマルテンサイト粒界が崩れ周辺の転位が安定化し、遅れ破壊特性が改善された。

3. 遅れ破壊に影響を及ぼす拡散性水素の侵入量は、焼戻し温度によって変化し、今回の試験条件では、620℃炉戻し品、700℃高周波戻し品と防炭品の拡散性水素量とがほぼ同等となり、浸炭材を高温で焼戻すことで遅れ破壊特性が改善することが明らかになった。

今回の調査の結果、浸炭焼入れ焼戻し材の遅れ破壊特性の悪化は、マルテンサイト粒界周辺の転位の増加と考えられた。しかしながら、今回の検討においては熱処理条件ごとの水素放出メカニズムの特定には至らなかった。近年、水素トラップサイトの水素放出曲線の解析が進み、複数のトラップサイトを考慮したシミュレーションも行われている。今後はこれら解析手法も検討の視野に入れ、浸炭処理等の表面改質処理の遅れ破壊への影響について、メカニズム解明に向けた検討を進めていく。

#### ■参考文献

- [1] 牧 正志:鉄鋼の組織制御 内田老鶴圃
- [2]秋山 英二:高強度鋼の水素脆化研究のための水素ガス放出測定 Journal of the Vacuum Society of Japan Vol. 57 (2014)No. 6 p. 207-213
- [3] 南雲道彦「水素脆性の基礎」内田老鶴圃
- [4] 春名 匠:水素脆化研究における水素検出・計測技術の展開 Zairyo-to-Kankyo Vol. 63(2014)No. 3 p. 76-83
- [5]千田ら:定荷重・SSRT・CSRT法による高強度鋼の丸棒試験片を用いた水素脆化評価の比較 鉄と鋼 vol.100(2014) NO.10
- [6]土屋 豊:高強度マルテンサイト鋼の水素脆化評価試験 CSRTおよびSSRTでの水素存在状態の変化 圧力技術 Vol. 52 (2014)No. 6 p. 315-322
- [7]土屋 豊:高強度CrMo鋼での水素放出曲線の解析と粒界での水素トラップ 圧力技術 Vol. 51(2013)No. 5 p. 261-268
- [8]山下ら:水素昇温脱離分析によるGr.122鋼溶接鋼手部のクリープ損傷評価 材料Vol.65 No.4,pp300-305,Apr.2016
- [9]大村ら:大気および高圧水素ガス環境を模擬した低合金鋼の水素チャージ 鉄と鋼 Vol.100(2014)NO.10 p1289-1297
- [10]種々の試験方法による焼戻しマルテンサイト鋼板の水素脆化特性 鉄と鋼 Vol.100(2014)NO.10 P1306-1314

#### ■著者



**井上 陽一**  
Yoichi Inoue  
エンジンユニット  
コンポーネント統括部  
材料技術部



**太田 敏也**  
Toshiya Ota  
エンジンユニット  
コンポーネント統括部  
生産技術部