# マイクロカンチレバー試験片を用いた 窒化化合物層の曲げ試験

# 高木 眞一、吉田 健太郎 (機械・材料技術部 材料物性グループ) 小沼 誠司、近藤 敏之 (川崎技術支援部 微細構造解析グループ)

#### 1. はじめに

窒化処理は処理に伴う変形が格段に小さいことに加え、 最近実用化された窒化ポテンシャル制御技術を用いて表 面に生成する窒化化合物層の結晶構造を制御することに よって疲労強度の向上が可能であること<sup>1-3)</sup>が報告される ようになり注目されている。

著者らはこれまでに、窒化鋼材の疲労強度に及ぼす表面 の窒化化合物層(以下、表面化合物層)の影響を調査して きた<sup>4)</sup>。その結果、表面化合物層が破壊するか否かによっ て基材である鋼材の疲労強度は著しい影響を受けること が判明した。例えば、SCM435 鋼窒化材の場合は、表面化 合物層が $\gamma$ <sup>,</sup>相(Fe4N)である方が、 $\epsilon$ 相(Fe23N)と比較 して著しく高い疲労強度を示し、その理由は $\gamma$ <sup>,</sup>相の方が  $\epsilon$ 相よりも靭性に富み破壊強度が高いためと推察された。 しかし、表面化合物層は厚さが数 $\mu$ mから十数 $\mu$ mと薄い ことから、その機械的性質を評価することは容易ではない。 そこで、著者らは表面化合物層の機械的性質を評価する手 法として、マイクロカンチレバー試験片による曲げ試験を 検討している。本稿では、これまでに得られた結果につい て報告する。

#### 2. 実験方法

供試材は平板状の S45C 鋼 (調質材、焼戻し温度 620℃) である。窒化処理は水素センサーによる窒化ポテンシャル ( $K_N$ )制御機能を備えたピット型ガス(軟)窒化炉を用 いて実施し、窒化化合物層の表面側で $\gamma$ '相(Fe4N)ある いは $\varepsilon$ 相(Fe2-3N)が主相になるようにそれぞれ調整した。 窒化処理温度と時間はそれぞれ 570 ℃および5hrである。

窒化処理した供試材の表面には微細な凹凸やポーラス 構造と呼ばれる微小な孔が生成する。これらは、後の曲げ 試験において悪影響を及ぼす恐れがあることから、窒化処 理後にコロイダルシリカを用いて表面をわずかに研磨し て平滑に仕上げた。研磨後の供試材表面を走査型電子顕微 鏡(SEM)の反射電子像により観察した像を図1に示す。



図1 供試材表面の反射電子像.a) y'相,b) ε相.

y'相、ε 相のいずれの場合にも表面から見た結晶粒径は数 μm 程度である。また、FCC 構造の y'相には双晶と思わ れる直線的な境界が観察される。

マイクロカンチレバー試験片の作製には FIB (Focused Ion Beam; エスアイアイ・ナノテクノロジー社製 XVision 200TB) 加工装置を用いた。マイクロカンチレバー試験片 の模式図と実際に作製した試験片のSEM像を図2に示す。 試験片の梁の長さは約5 $\mu$ m、幅は約0.5 $\mu$ m である。梁の 先端部分には曲げ試験において荷重点の目標とするため に微小なくぼみを加工した。このような試験片を $\gamma$ 相と  $\varepsilon$ 相についてそれぞれ3個ずつ作製して曲げ試験に供した。

曲げ試験にはナノインデンテーション装置(ハイジトロン社製トライボインデンター)を用いた。ナノインデンテーションの圧子はダイヤモンド製のキューブコーナーと呼ばれる先端が正四面体形状のものである。上述したマイクロカンチレバー試験片の荷重点に対してこの圧子により力を負荷して荷重と変位の関係を測定した。

# 3. 結果および考察

図3に曲げ試験により得られた荷重-変位線図を示す。 y'相の試験片についてはデータの保存に失敗し3個中2個 の試験片のデータしか得られなかった。いずれの試験片に ついても最大荷重は100µNに満たない極めて小さな荷重 であった。また、試験片ごとのばらつきも著しく大きい。



 図 2 マイクロカンチレバー試験片の模式図と作製した試験片の
の SEM 像. a) 模式図, b) 作製した試験片の正面像, c) 同 側面像



図3 曲げ試験による荷重-変位線図. a) ε相, b) γ'相.



図4 曲げ試験後の試験片の SEM 像. a) ε相, b) γ'相.

 $\varepsilon$ 相の試験片は1000~2000nmの変位を示した後に荷重値 がほぼゼロに急減することから破断していると推測され る。一方、 $\gamma$  相の方は3000nmを超える領域まで塑性変形 した後、荷重値は急激に増加に転じている。

図4に曲げ試験後の試験片のSEM像を示す。ε相の試験 片はいずれも梁の根元部分が明白に破断していることが 判るが、y<sup>1</sup>相の試験片は梁の根元で塑性変形しているもの の破断している試験片はなかった。以上のことから、ε相 はわずかに塑性変形を示した後に梁の根元部分で破断し たと考えられる。一方、y<sup>1</sup>相の試験片は大きく塑性変形 した後、破断することなく梁の先端部分が底部に接触する か、あるいは圧子が試験片以外の部分などに接触すること によって急激に荷重の増加を示したものと推測される。い ずれにしても、変形の様子からε相と比較してy<sup>1</sup>相の方が 延性に富むことが明らかになった。

試験片ごとの荷重値のばらつきが著しく大きくなった 原因としては、試験片のサイズが小さすぎたため荷重値が 著しく小さく、試験片の加工精度などに起因するばらつき が顕在化しやすいことや、変形が梁の根元部分に集中して おり、試験片の幅が 0.5 µ m 程度しかないことから、根元 部の結晶粒の大きさや方位、あるいは結晶粒界の強度特性 などの微細構造因子が強度に著しい影響を及ぼしたと推 測される。したがって、荷重値のばらつきを小さくするに は、より大きな試験片を作製して曲げ試験を実施する必要 があると考えられる。

### 4. まとめと今後の展開

S45C 鋼窒化材を供試材として、表面の窒化化合物層か らマイクロカンチレバー試験片を作製し、曲げ試験を実施 することによって、y'相と ε 相の機械的特性の評価を試み た結果、以下の知見を得た。

 曲げ試験による荷重-変位線図および試験後の試験片の SEM 像より、ε 相と比較して γ' 相の方が延性に富む ことが明らかになった。 試験片ごとの荷重値のばらつきが大きくなった原因として、試験片寸法の精度や微細構造因子の影響が顕在化したことが考えられるので、今後はさらに大きなサイズの試験片を作製して曲げ試験を試みたい。

# 謝辞

窒化ポテンシャル制御によるガス窒化処理の実施に協力 を頂いた(株)オーネックス技術研究所の伊藤経教氏に 感謝します。

#### 文献

- 1) Kobayashi, S. Maeda, H. Imataka, Y. Gyotoku, M. Yusa, Y. Shimizu, M. Kanayama: Trans. Soc. of Automotive Engineers of Jpn., 45(2014), 1153.
- 2) Y. Hiraoka, A. Ishida, O. Umezawa : J. Jpn. Soc. Heat Treat., 57(2017), 64.
- 3)高木眞一,殿塚易行,星川 潔,伊藤経教:「機械構造 用鋼表面硬化部材の疲労損傷」シンポジウムテキスト, 日本鉄鋼協会編,(2016),3.
- 4)高木眞一,殿塚易行,中村紀夫,伊藤経教:鉄と鋼, vol.104, (2018), 594.