様　式　Ｃ－１９、Ｆ－１９、Ｚ－１９　（共通）

科学研究費助成事業　　研究成果報告書

平成 ２７ 年　 ６ 月 ２２ 日現在

機関番号：１３８０１
研究種目：基盤研究(C)
研究期間：2012～2014
課題番号：２４５６００９５

研究課題名（和文）浸炭焼入鋼の硬化層ミクロ評価による残留応力発生メカニズムの解明

研究課題名（英文）Clarification of generation mechanism for residual stress field on quenched streel after carburizing by microscopic examination of hardened layer

研究代表者
坂井田　喜久（Sakaida, Yoshihisa）

静岡大学・工学（系）研究科（研究院）・教授

研究者番号：１０３３４９５５

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費）　　4,200,000円

研究成果の概要（和文）：本研究は，浸炭焼入したクロムモリブデン鋼の硬化層断面に対して走査型電子顕微鏡を用いたEBSD法（Electron backscattering diffraction）による結晶方位解析を行い，隣接測定点間の局所方位差KAMと硬化層深さや残留応力との相関関係を検討した．その結果，硬化層直下のKAM分布は硬化層より深い内部とは異なり，局所方位差評価のしきい値を60°に設定することで，マルテンサイトとベイナイトの混在組織に対応する有用データにすることが可能で，硬化層深さや硬化層表面近傍の圧縮残留応力が一定値に漸近する深さを評価できることを示した．

研究成果の概要（英文）：In this study, some quenched chromium-molybdenum steel after carburizing were used. Using the scanning electron microscope, the crystallographic orientation analysis was carried out on the cross-sectional hardened layer by EBSD (electron backscattering diffraction) technique. The correlations of the KAM (kernel average misorientation) distribution with the case depth and residual stress field were examined. As a result, the KAM distribution under the carburized surface was quite different from that of the interior below the case depth. By setting the threshold angle to 60 degrees, the KAM maps are meaningful data for the mixture of martensite and bainite grains. Furthermore, the case depth and the plateaued depth in the compressive residual stress near the carburized surface are predictable by calculating the area-average of the KAM maps.

研究分野：先進材（金属，セラミックス，骨）の変形・応力・破壊評価，電子顕微鏡やＸ線による非破壊評価法の開発

キーワード：後方電子線散乱回折法　局所方位差　領域平均　硬化層特性　硬化層深さ　残留応力　変態塑性ひずみ　浸炭焼入

１．研究開始当初の背景

浸炭焼入は低炭素鋼部品の表面硬化処理として自動車や二輪車の製造には欠かせない技術であるが，浸炭焼入すると部品に『ゆがみ』が生じ，後加工が不可欠となる．後加工はコスト低減の大きな妨げとなるため，『ゆがみ』の原因である残留応力の実態把握と変形予測法の確立が切望されている．

浸炭焼入後の残留応力は，研究代表者らの研究成果によって，X線や中性子の相補利用により実測評価できるようになった．一方，『ゆがみ』は，熱ひずみと固相変態の不均一性に起因する変態塑性ひずみにより発生すると考えられているが，浸炭焼入による変態塑性ひずみはこれまで未観測で，その実態や分布状態は把握されていないし，変形予測法も確立されていない．

２．　研究の目的

残留応力は，その源である固有ひずみにより発生する．一方，変態塑性ひずみの挙動は，応力場に依存する．そのため，応力と温度を変化させて変形量を計測し，変態塑性係数として実験的に求めているが，変態塑性ひずみのミクロな分布状態についてはこれまで研究されてこなかった．

本研究では，鋼の焼入残留応力は，冷却時のマルテンサイト変態に伴い，内外の体積膨張差に起因して変態塑性ひずみが硬化層断面に分布することで発生すると考え，変態塑性ひずみに相当するミクロ情報を後方電子線散乱回折法（Electron BackScattering Diffraction method，以下 EBSD 法）により定量的に捉える方法を開発する．これにより，変態塑性ひずみの断面分布を把握し，硬化層深さや残留応力との相関関係について明らかにすることを目的とした．

３．研究の方法

（１）供試材と試験片：供試材は，炭素濃度が 0.2 mass%のクロムモリブデン鋼(SCM420H)である．本研究の浸炭温度は 900℃とし，浸炭時間を調整して浸炭深さを変化させ，850℃から油焼入したバルク試験体から図１に示す小片 QC1, QC2, QC3 を切出した．なお，小片は，すべて浸炭表面近傍から切出し，比較として浸炭焼入せず，供試材を焼なましと焼ならした小片 AN も作製した．

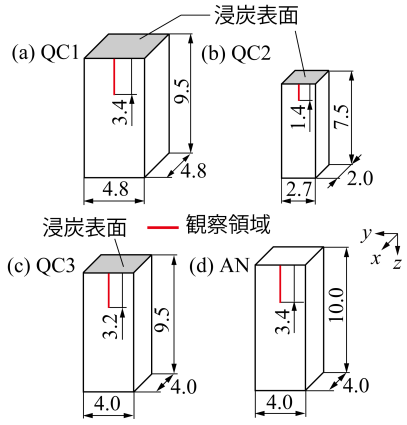


図１　研究に用いた浸炭焼入試験片

（２）EBSD 法による結晶方位解析：図１の小片の浸炭表面に対して垂直な断面である，硬化層断面に対し，赤線で示した領域に沿って EBSD 法による結晶方位解析を行い，EBSD パターン上の隣接測定点間の局所方位差 KAM（Kernel Average Misorientation）を測定した．実験は，図２の結晶方位解析装置を取付けた電界放出形走査電子顕微鏡（JSM-7001F，日本電子）を用い，小片断面を 70°傾斜させた状態で，z 軸に沿って EBSD パターンを測定した．なお，測定面は，前加工によるひずみを十分除去した上で，加速電圧 15 kV，照射電流 15 mA，プローブ径 15 nm の一定条件で，100 μm 角領域毎に KAM 値の領域平均を計算した．なお，KAM 値 Θ は，図 3 の注目する計測点を F とすると，F 点を取囲む 6 つの測定点間の方位差 θ_{Fi}(i=1～6)の平均値として，

$$\Theta = \sum_{i=1}^{6} \theta_{Fi} \qquad (1)$$

のように計算した．なお，Θ の計算には“しきい値 θ_C”を設定し，$\theta_{Fi} \geqq \theta_C$ の測定点は平均値の計算から除くとともに，6 つの測定点間のすべての方位差が θ_C 以上の場合は，Θ=θ_C に置換えた．

また，電子線マイクロアナライザ（JXA-8530F，日本電子）とビッカース微小硬さ試験機（HM-122，ミツトヨ）を用い，測定断面の炭素濃度と硬度を測定した．

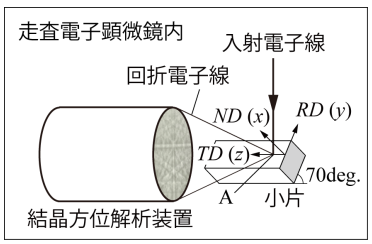


図２　EBSD 法による結晶方位解析

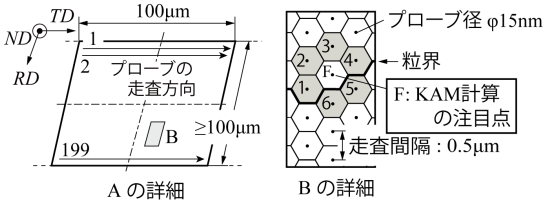
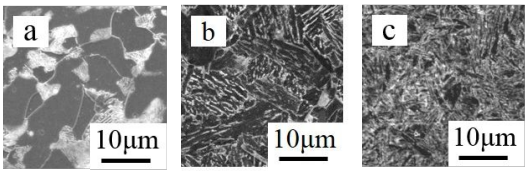


図３　KAM 値の計算

（３）残留応力測定：硬化層の残留応力は，小片とは異なる領域から切出したブロックを用い，浸炭表面から硬化層深さ方向に，硬化層を逐次研磨除去しながら X 線応力測定法により測定した．測定は Cr-Kα 線を用い，Fe の 211 回折に対して並傾法による光学系で $\sin^2\psi$ 法により残留応力を評価した．

４．研究成果

（１）浸炭焼入鋼の硬化層組織：浸炭焼入による硬化層は，図 4(a)に示す亜共析組織を持つ供試材が，オーステナイト域で浸炭・拡散された後，油焼入される冷却過程で急冷されて，表層よりわずかに内部の組織からマルテンサイト変態することで形成される．特に，最初にマルテンサイト変態する硬化層表面よりわずかに内部の領域では，図 4(c)に示すマルテンサイト組織に変態していることがわかる．それに対し，硬化層より深い内部領域では，図 4(b)に示すように，熱履歴の影響を受けてベイナイト組織に変化し，浸炭前の亜共析組織とは明らかに異なる組織に変わり，これら浸炭焼入工程における大きな微視組織の変化を伴う硬化層形成が，硬さ変化と残留応力やゆがみの発生を特徴づけていることがわかる．



(a) AN 材の内部　(b)硬化層より深い内部　(c)硬化層表面近傍の断面

図４　浸炭硬化層の代表組織

（２）浸炭焼入による硬化層特性：浸炭工程で供試材表面から炭素が浸炭・拡散されて浸炭層を形成し，油焼入で硬化層となる．実際に，ガス浸炭時のカーボンポテンシャルと拡散時間を変えると，図５に示すのような異なる性質の炭素濃度こう配が形成される．また，これらの炭素濃度こう配が焼入されると，図６に示す硬さ分布になる．図より，表層の炭素濃度こう配に明らかな差があっても 0.6% 以上の濃度があれば 800HV 程度の平均硬さを発現していることがわかる．

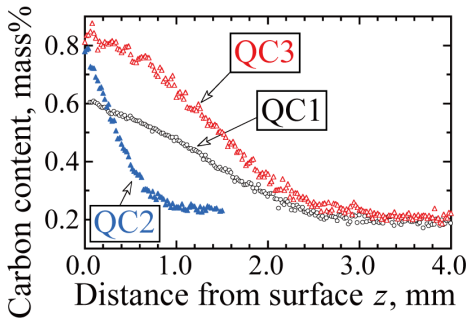


図５　浸炭硬化層の炭素濃度分布

（３）硬化層組織の結晶方位情報：前節で得られた異なる性質の硬化層断面に対し，EBSD 法による結晶方位解析を行い，EBSD パターンを比較することで，浸炭焼入前後の微視組織変化をミクロ情報として定量的に評価できる指標があるか検討した．

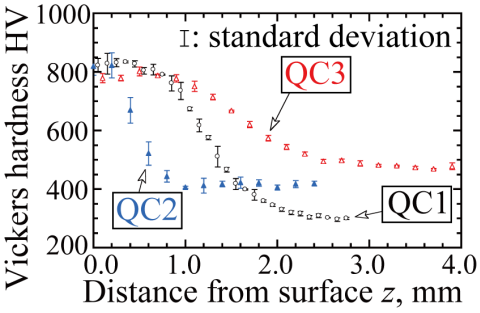
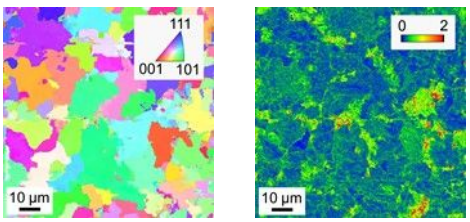


図６　浸炭硬化層の硬さ分布

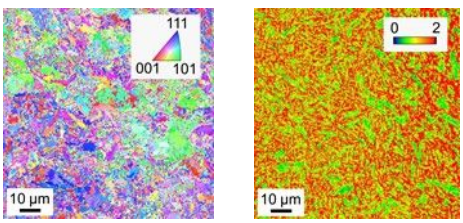
浸炭前のクロムモリブデン鋼の代表的な逆極点図を図７(a)に，通常の KAM 評価で用いるしきい値θ_C=2°で局所方位差を求めたマップ図を図７(b)に示す．浸炭前の逆極点図は図４(a)の亜共析組織の結晶群で構成され，結晶粒内に主に $0 \leqq \Theta \leqq 1.0$ の局所方位差が分布していることがわかる．



(a) 逆極点図　(b) 局所方位差分布

図７　AN 材の結晶方位解析結果

一方，図８は，浸炭焼入した QC1 材の浸炭表面直下の逆極点図と局所方位差のマップ図を示す．図４(c)と図８(a)の結果から，浸炭焼入により，旧オーステナイト結晶から変態したラスマルテンサイトやレンズマルテンサイトがブロックやパケットを形成している様子が判別できる．加えて，局所的には，旧オーステナイト結晶の結晶方位に依存して $0 \leqq \Theta < 2.0$ の局所方位差が存在するが，100 μm 角の測定領域でみると，複数の旧オーステナイト結晶からの変態組織を観察しているので，$\Theta = \theta_C = 2.0°$となる局所方位差が多数生じていることがわかる．



(a) 逆極点図　(b) 局所方位差分布

図８　QC1 材の結晶方位解析結果

ここで，通常の KAM 評価で用いるしきい値θ_C=2°で局所方位差分布を求め，硬化層特性を評価できるか判断するために，浸炭前後の

表面近傍と硬化層より深い領域の局所方位差分布を比較した結果を図９に示すと，浸炭前の AN 材の極値が Θ＝0.25°であるのに対し，たとえば，QC1 材の Θ 分布は高角側にシフトし，かつ，浸炭表面近傍（z=0.05mm）ではマルテンサイト変態によって Θ が急激に増加し，しきい値の頻度が 5 割程度に急増していることがわかった．この傾向は，QC2 と QC3 も同様で，局所方位差 Θ の分布は，浸炭前後で全く異なる分布となり，しきい値 2 ° の評価結果では，局所方位差を相対比較できないことが新たにわかった．

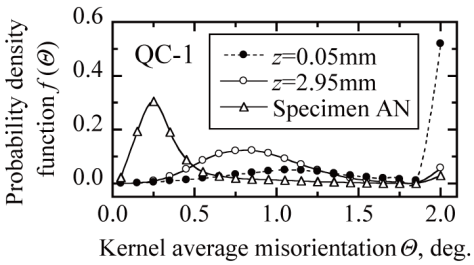
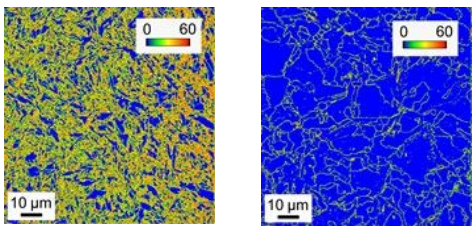


図９　浸炭前後の局所方位差分布の比較

（４）新しい統一的評価法の提案：本研究では，浸炭焼入前の材料組織と浸炭焼入後の浸炭表面のマルテンサイト組織から内部にわたるベイナイトとの混合組織を『同じ“しきい値 θ_C ”で局所方位差 Θ の分布を統一評価できる』ように，KAM 計算に用いるしきい値を大きく変化させて浸炭前後の Θ の分布を相対比較した結果，SCM420H の浸炭焼入処理に対しては，θ_C =60°が最適であるとの結論に達した．

図 10 と図 11 は，新しく“しきい値 θ_C=60° ”に設定して QC1 材の浸炭表面直下と硬化層より深い内部領域の局所方位差 Θ のマップ図と局所方位差分布を同一線図上にプロットした結果を示す．図 11 の縦軸の確率密度関数は，対数表示でプロットして 0.1 %オーダーの方位差変化を捉えられるように工夫すると，浸炭焼入による硬化層のミクロ情報変化を Θ の変化として的確に捉えることができ，ベイナイト組織が支配的な硬化層より深い内部領域では，$\Theta \leqq 2.5°$の確率が最も高く，$\Theta > 2.5°$の領域は粒界を表しているのに対し，マルテンサイト結晶群で構成される浸炭表面直下の領域では，測定領域に存在する複数



(a) z=0.05mm 近傍　(b) z=2.95mm 近傍

図 10　新しい評価法の適用例（QC1 材）

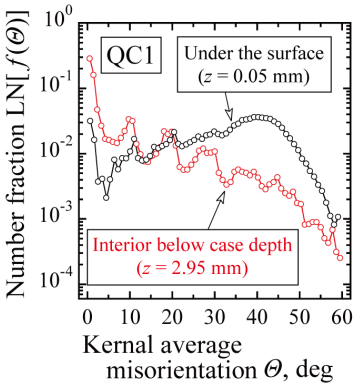


図 11　浸炭表面近傍と内部領域の局所方位差分布

の旧オーステナイト結晶から多数のマルテンサイト結晶群が形成されるので，40°付近の存在確率が最も高く，旧オーステナイト粒内に高い値を示す Θ が広く分布していることを示した．

次に，各試験片の全硬化層深さの 10 分割に相当する評価深さ Δz をそれぞれ定義し，その領域の局所方位差 Θ の平均値 Θ_{mean} を求め，評価深さ z の代表値としてプロットした結果を図 12 に示す．なお，図には，浸炭前の AN 材の結果を点線で示した．図より，AN 材では，どの評価領域の Θ_{mean} もほぼ 5.8°の一定値を示したのに対し，浸炭焼入後の硬化層表面の Θ_{mean} はその 5 倍以上に増加した．また，浸炭表面からの距離の増加とともに領域平均は減少し，全硬化層深さ近傍で一定値に漸近する傾向を示し，漸近する値は浸炭条件により異なるが，いずれも AN 材の Θ_{mean} よりも大きいことがわかった．

さらに，図 13 は，QC1 材を例に，硬化層の局所方位差の領域平均 Θ_{mean} の分布と残留応力分布の相対関係を示す．残留応力は，浸炭面を逐次研磨除去しながらＸ線により測定した研磨面内の残留応力の主応力成分 σ_1 と σ_2 で，圧縮残留応力がほぼ一定値を示す深さまでの変化を示した．図より，浸炭表面からの距離に対する領域平均の減少と圧縮残留応力の減少は相対的に良く一致していることがわかる．一方，圧縮残留応力がほぼ一定値を示す深さは，Θ_{mean} が一定値に漸近する深さより深いことがわかった．

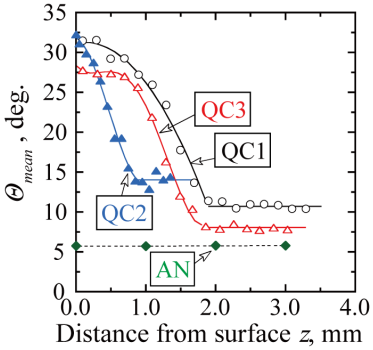


図 12　局所方位差の領域平均分布

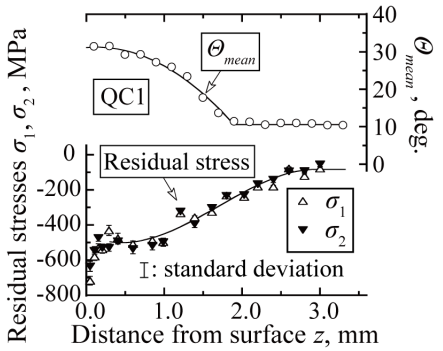


図 13　硬化層の残留応力分布と局所方位差の領域平均分布との関係

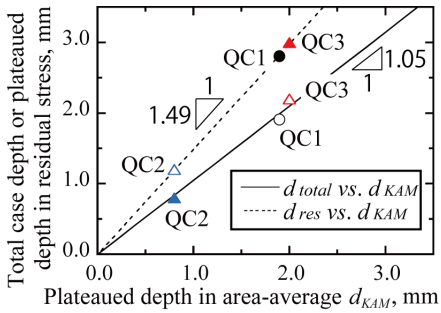


図 14　領域平均が一定値となる深さ d_{KAM} と全硬化層深さ d_{total} や圧縮残留応力が一定値となる深さ d_{res} との関係線図

そこで，硬化層深さや圧縮残留応力がほぼ一定値を示す深さと，局所方位差の領域平均 Θ_{mean} が一定値に漸近する深さの関係を求め，同一グラフ上にプロットした．得られた結果を図 14 に示す．図中の実線と点線は最小二乗法による近似直線で，両者とも局所方位差の領域平均が一定値に漸近する深さ d_{KAM} と良い相関関係があることがわかる．ここで，図の実線から，全硬化層深さ d_{total} は，

$$d_{total} = 1.05\ d_{KAM} \qquad (2)$$

で表され，硬化層断面の SEM 観察結果から d_{KAM} 値を求めれば，全硬化層深さが予測できることを示している．

一方，図の点線より，圧縮残留応力が一定値となる深さ d_{res} は，

$$d_{res} = 1.49\ d_{KAM}. \qquad (3)$$

で表され，硬化層断面の SEM 観察結果から求めた d_{KAM} の約 1.5 倍の深さまで圧縮残留応力の発生の基となる変態塑性ひずみを含む固有ひずみが存在していることをミクロ情報から予測できることを示している．

以上，走査電子顕微鏡を用いた後方電子線散乱回折法により，浸炭焼入鋼の硬化層断面に対して，通常の KAM 評価で用いるしきい値 2°とは異なる 60°に設定することで，焼入による硬化層の相変態で生ずる変態塑性ひずみに相当するミクロ情報を局所方位差の領域平均として捉えることが可能で，本手法を用いれば，全硬化層深さや圧縮残留応力の存在する深さを十分な精度で予測できることを示した．

５．主な発表論文等

（研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線）

〔雑誌論文〕（計 6 件）

① 坂井田喜久，矢代茂樹，吉田始，クロムモリブデン鋼の浸炭硬化層の機械的および X 線的弾性定数に及ぼす炭素濃度の影響, 材料, 査読有, 第 62 巻-第 5 号, 2013, 335-341.

② 坂井田喜久，村井俊之，吉田始，日本刀表層の残留応力分布と断面微構造の関係, 材料，査読有，第 62 巻-第 7 号，2013, 430-436.

③ Y. Sakaida, H. Yoshida, S. Yashiro and T. Mutai, Influence of Final Hand Polishing Process on Surface Residual Stress Field of Japanese Sword, Materials Science Forum, 査読有, Vol. 768-769, 2014, 492-499. 10.4028/www.scientific.net/MSF.768-769.492.

④ Y. Sakaida, H. Yoshida, S. Yashiro, S. Yamashita and T. Shobu, Internal Residual Strain Distribution in Chromium-Molybdenum Steel after Carburizing and Quenching Measured by Neutron Strain Scanning, Materials Science Forum, 査読有, Vol. 772, 2014, 173-177. 10.4028/www.scientific.net/MSF.772.173.

⑤ Y. Sakaida, T. Inayama and S. Yashiro, Estimation of Cross-Sectional Residual Stress Distribution on Hardened Layer of Carburized Chromium-Molybdenum Steel by Electron Backscattering Diffraction Method, Advanced Materials Research, 査読有, Vol. 996, 2014, 556-561. 10.4028/www.scientific.net/AMR.996.556

⑥ 坂井田喜久，稲山朝仁，矢代茂樹，電子線後方散乱回折法による浸炭焼入鋼の硬化層深さと残留応力の評価，材料，査読有，第 63 巻-第 7 号，2014，557-562.

〔学会発表〕（計 15 件）

① 坂井田喜久，浸炭焼入したクロムモリブデン鋼の残留応力と硬化層の評価，日本材料学会第 46 回Ｘ線材料強度に関するシンポジウム，2012 年 7 月 5-6 日，日本材料学会（京都市）.

② 村井俊之，日本刀の断面構造と残留応力の評価, 日本材料学会第 46 回Ｘ線材料強度に関するシンポジウム, 2012 年 7 月 5-6 日，日本材料学会（京都市）.

③ 坂井田喜久，弾塑性有限要素法による浸炭焼入鋼の残留応力解析，日本機械学会 M&M2012 材料力学カンファレンス，2012 年 9 月 21-24 日，愛媛大学（松山市）.

④ Y. Sakaida, Residual stresses and

microstructure of Japanese sword, The 9th International Conference on Residual Stresses, 2012 年 10 月 6-9 日, Garmisch-Partenkirchen, Germany.

⑤ 坂井田喜久, 浸炭焼入したクロムモリブデン鋼の残留応力と硬化層の評価, 平成 24 年度第 2 回残留ひずみ・応力解析研究会, 2013 年 3 月 18 日, 研究社英語センタービル（東京都）.

⑥ 坂井田喜久, 材料のミクロ構造とマクロ特性を結ぶ技術の確立を目指して－表面硬化処理鋼の硬化層と残留応力の評価－, 第 27 回会員企業交流会, 2013 年 3 月 25 日, グランドホテル浜松（浜松市）.

⑦ 稲山朝仁,電子線後方散乱回折法による浸炭焼入鋼の固有ひずみ評価, 第 62 期学術講演会, 2013 年 5 月 18-19 日, 東京工業大学（東京都）.

⑧ 坂井田喜久, 熱処理鋼の硬化層と残留応力の評価, 日本材料学会第 62 期第 1 回塑性工学部門委員会第 71 回材料データベース研究分科会, 2013 年 6 月 14 日, 日本材料学会（京都市）.

⑨ 坂井田喜久, 日本刀の残留応力に及ぼす断面微構造の影響, 日本材料学会第 47 回Ｘ線材料強度に関するシンポジウム, 2013 年 7 月 18-19 日, 国立オリンピック記念青少年総合センター（東京都）.

⑩ 稲山朝仁, 電子線後方散乱回折による浸炭焼入鋼の硬化層と残留応力の評価, 日本材料学会第 47 回Ｘ線材料強度に関するシンポジウム, 2013 年 7 月 18-19 日, 国立オリンピック記念青少年総合センター（東京都）.

⑪ 坂井田喜久, 熱処理鋼の硬化層の弾性定数と日本刀の残留応力測定, 日本材料学会第 62 期第 3 回塑性工学部門委員会第 72 回材料データベース研究分科会, 2013 年 9 月 27 日, 日本材料学会（京都市）.

⑫ 稲山朝仁, EBSD 法による浸炭焼入鋼の硬化層と残留応力の評価, 日本機械学会東海支部第 63 期総会講演会, 2014 年 3 月 18-19 日,大同大学（名古屋市）.

⑬ Y. Sakaida, Indirect Estimation of Cross-Sectional Residual Stress Distribution on Hardened Layer of Carburized Chromium-Molybdenum Steel by Electron Backscattering Diffraction Method, The 9th European Conference on Residual Stresses, 2014 年 7 月 6-10 日, Troyes, France.

⑭ 稲山朝仁, 浸炭焼入鋼断面の局所方位差と残留応力の関係, 日本材料学会第 48 回Ｘ線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, 2014 年 7 月 24-25 日, エル大阪(大阪市).

⑮ 坂井田喜久, 高強度鋼の表面改質における硬化層の特徴と残留応力の評価, 先端精密技術研究会, 2014 年 10 月 8 日, グランドホテル浜松（浜松市）.

〔その他〕
ホームページ等
http://ssy.eng.shizuoka.ac.jp/Extras/Topics12.html　研究代表者は，科研費の一連の研究で平成 14 年度日本材料学会 X 線材料強度部門委員会業績賞（研究）を受賞した．また，研究協力者の稲山氏が科研費の一連の学会発表で，⑦では日本材料学会第 62 期優秀講演発表賞を，⑪では日本機械学会若手優秀講演フェロー賞を，⑭では第 48 回Ｘ線材料強度に関するシンポジウム最優秀発表賞の各賞を受賞した．

６．研究組織
(1)研究代表者
坂井田　喜久（SAKAIDA YOSHIHISA）
静岡大学・工学部・教授
研究者番号：10334955

(2)連携研究者
早川　邦夫（HAYAKAWA KUNIO）
静岡大学・工学部・教授
研究者番号：80283399

(3)研究協力者
稲山　朝仁（INAYAMA TOMOHITO）
村井　俊之（NURAI TOSHIYUKI）