

転がり疲れによる白色型組織変化形成過程に現れる針状を呈する組織の観察

Observation of Needle-like structure appeared in the formation process of White Etching Area in Rolling Contact Fatigue

平岡和彦*1 常陰典正*2

Kazuhiko Hiraoka, Norimasa Tsunekage

Synopsis: For global ecology, automotive and various industrial machine units are used under severer conditions nowadays.

Thus early flaking problems have appeared more often and more attention has been paid to WEA (White Etching Area) caused by RCF (Rolling Contact Fatigue). We have studied the various types of microstructural changes in RCF to obtain effective countermeasures against the early flaking in bearings. The studies have been based on the viewpoint where microstructural changes in RCF are strongly related to SPD (Severe Plastic Deformation) phenomenon. So far we have found that Needle-like structure observed prior to WEA generation plays the important role of early flaking, while WEA itself does not, directly. In the present paper, crystallographic observation results of the Needle-like structure and causality between the structure and the early flaking are discussed.

Key words: rolling contact fatigue, microstructural change, Severe plastic deformation, SPD, White etching area, WEA, Needle-like structure, amorphous

1. 緒言

近年、環境負荷軽減を目的として自動車の駆動系部品や各種産業用機械には小型軽量化や伝達効率の向上が強く求められている。それに伴い軸受部品の使用環境には急激な変化がみられ、転がり疲れに関する技術課題は増えている。転がり疲れによる軸受の破損は、「はく離」と呼ばれる面型の疲労破壊を呈し、その近傍の組織観察において、本題に係わる白色型組織変化が認められることは多い。昨今、白色型組織変化への関心は、そのもの自体の生成機構と共に、寿命向上には欠かせないはく離との因果関係の究明にある。白色型組織変化はマクロ的な形態によりバタフライ、ホワイトバンド、WEA (White Etching Areaの略) に分けられる^{1,2)}。各々は材料の視点において、後述する結晶粒の超微細化という共通性があり、3タイプが共に研究対象となってきた。しかしながら、昨今の早期はく離問題に関与するのは明らかにWEAである^{1,2)}。WEAは1990年に、前田ら³⁾によって新しいタイプの組織変化として紹介されて以来、多くの研究事例と共に認識が深められてきた。特にWEAは、形態の不規則さや、一見して共通性が見出せない複数の環境が引き金となっている状況から、原因の特定や生成機構の説明が難しいとされてきた。また軸受デザインや潤滑剤による寿命改善も難しい状況にあり、詳細な機構の説明やそれに裏付けられた材料熱処理対策が強く望まれている。

著者らは、材料熱処理によるWEAを伴うはく離対策の創出を最終的な目的として、転がり疲れにおける組織変化全般の生成機構やはく離との因果関係の究明を進めてきた。そしてその研究の基軸を、白色型組織変化が巨大ひずみ加工 (通称SPD (Severe Plastic Deformation)) 現象⁴⁾に準じているという見方に置いてきた^{5,6)}。それは白色型組織変化とSPD現象との間に、サブミクロン以下への結晶粒超微細化という本質的な共通性が認められるからである。筆者らは、白色型組織変化の中の一部に、強ひずみ加工現象に特有の転位セル状態を観察し¹⁾、また白色型組織変化のマクロ的形態が、転がり接触下の応力分布の特徴と明確な対応を示すことも見出している^{2,5,7,8)}。これらの知見は、白色組織変化が加工起因の性質を帯びていることを示唆している。この見方は、難解と言われ続けたWEA問題に解明の糸口を与えている。なぜならば、WEA問題において、塑性ひずみの局在化機構を見出すことに研究の焦点が絞られるからである。

現状、筆者らが得ている答えは、WEAを伴う早期はく離は、鋼中に侵入する水素の影響によって軌道直下の随所に塑性ひずみの局在化を生じ、Fig.1⁸⁾に例示するような特徴的な針状を呈する初期き裂を形成し、さらにその伝ばや連結によって大型の内部き裂を形成することにより引き起こされているとの推定である^{2,5,8)}。また本来WEAとして認識されている大型の内部き裂に沿った光学顕微鏡レベルで識別される白色部分は、着眼した塑性ひずみの局在化による

*1 研究・開発センター 軸受・構造用鋼グループ長、博士 (工学)

*2 研究・開発センター 軸受・構造用鋼グループ、博士 (工学)

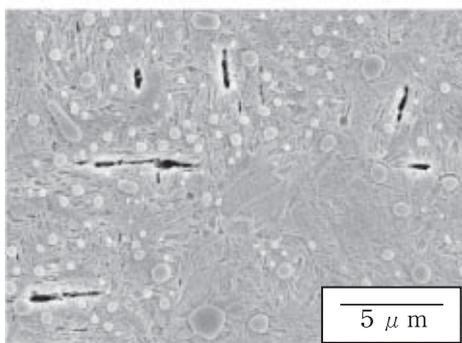


Fig.1 SEI of Needle-like structures observed in hydrogen-charged SUJ2 specimen by thrust type rolling contact fatigue test⁸⁾.

現象には違いないが、大型き裂の幾何学的な効果により引起される二次的な現象であると解されるのである^{2,5,8)}。この推測からは、自ずと針状を呈する初期き裂の頻度や長さを軽減することが、材料熱処理対策の指標であると導かれる⁹⁾。この針状を呈する初期き裂は、当然ながらその前段として、その周囲に塑性ひずみの効果による（本研究で明らかにしたい）組織変化を伴っている。本論文では、その組織変化とそれに伴う針状を呈する初期き裂を合わせて「針状を呈する組織」として表現することとした。

このような経緯の下、本論文では、針状を呈する組織の詳細な知見を得るために、水素チャージした試験片でこの組織を再現し、はく離との因果関係やその内部構造の詳細について調べた結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 試験片の作成

想定されるアプリケーションを念頭に、浸炭焼入焼戻し処理を前提にしたTable 1に示す組成の供試材を以下の手順にて準備した。100kg真空誘導溶解炉により得たテスト鋼塊を1523Kに加熱して鍛伸し、直径65mmの棒鋼に仕上げ、1173Kに5.4ksecの保持後空冷による焼ならしを施した。次いで、旋削にて外径60mm、内径20mm、厚み9.3mmの後述するスラスト試験片用に粗加工した。表面硬化処理は、狙い表面炭素濃度を0.8%として1203Kで時間21.6ksecのガス浸炭を施し、油冷を経て453Kで5.4ksecの焼戻しを施した。その後、スラスト試験面側とその裏面を各々0.2mmと0.1mmの取代にて平面研削し、試験面はさらにラップ盤にて鏡面に仕上げた。試験片の調査として、試験面直下のマイクロピッカース硬さ分

Table 1 Chemical compositions of the specimen (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Cr	Nb
0.18	0.50	0.29	0.016	0.008	2.11	0.05

布測定、飽和ピクリン酸腐食によるJIS G0551に従った旧オーステナイト結晶粒度測定、試験片表面を100μm電解研磨した状態でのX線残留オーステナイト量測定を実施した。

2.2 水素チャージ

本研究では、以前の研究知見に基づき⁸⁾、試験片を水素チャージ後にスラスト型転がり疲れ試験に供することで針状を呈する組織の再現を試みた。

水素チャージは、スラスト試験片を濃度20%のチアシオン酸アンモニウム溶液に浸漬する方法にて実施した。ピーカーを恒温水槽に入れ、溶液温度を323K一定として軌道を含む面が垂直になるように吊りして172.8ksec間保持した。その後、直ちに水洗ならびにアセトンによる超音波洗浄を施し、パフ研磨にて試験面の腐食生成物を除去してスラスト試験を開始した。水素チャージ終了後、スラスト試験開始までの時間は、水素の散逸を抑えるために3.6ks以内とした。また同処理後の試験片1枚にて昇温脱離法（TDS法）¹⁰⁾により室温から573Kまでのトータル放出水素量を測定した結果、1.5ppmであった。なお水素チャージ後、分析開始までの期間は、水素散逸を極力防止するために分析試料を液体窒素に浸漬した。

2.3 転がり疲れ試験

転がり疲れ試験は、転動体を3個のボールとしたスラスト型試験を実施した。詳細な条件はTable 2に示す。潤滑油をはじめ付与した条件は、通常のはく離を想定したものであり、試験中に鋼中へ水素が浸入することや組織変化の促進を意図したものではない。すなわち本実験での組織変化生成は、試験前の水素チャージによるものであるという前提である。なお次節に述べる軌道直下の組織変化観察は、 3.81×10^6 サイクルで、はく離により試験停止させた試験片によるものである。以前の研究⁸⁾にて、針状を呈する組織が、はく離後の段階においてもその周囲に存在していることを確認している。また、はく離試験片での観察は、組織変化とはく離との因果関係を考察する狙いにも適している。

Table 2 Conditions of the rolling contact fatigue test.

Hertzian maximum stress	Rolling contact frequency	Lubricant	Ball diameter
5.29GPa	1800cpm	ISO VG10	9.525mm

2.4 組織変化観察

試験後のスラスト試験片をFig.2に示すように、軌道接線に平行な断面を現出して軌道直下の組織変化を観察し



Fig.2 Observation plane after fatigue test.

た。なお観察面は、軌道幅の中央となるように研磨により調整した。観察に先立ちピクラー腐食を行い、光学顕微鏡ならびに走査電子顕微鏡（SEM）観察を実施した。さらにSEMにて確認した針状を呈する組織変化部に、集束イオンビーム（FIB）装置内において表面保護のためのカーボン皮膜を施して、針状に対する垂直断面が観察面になるようにFIBによる局所加工を実施した。観察はFIB装置に付帯するSEM、走査イオン顕微鏡（SIM）ならびにTEMにて実施した。

3. 実験結果

3.1 転がり疲れ試験前の試験片調査結果

スラスト試験片表面からのマイクロビッカース硬さ分布をFig.3に示す。表面硬さは約740HV、芯部硬さは約450HVであった。Fig.4に軌道直下の浸炭層内における旧オーステナイト結晶粒観察結果を示す。平均粒径は視野内で11 μ mであり、粒度番号は10番に相当した。また試験

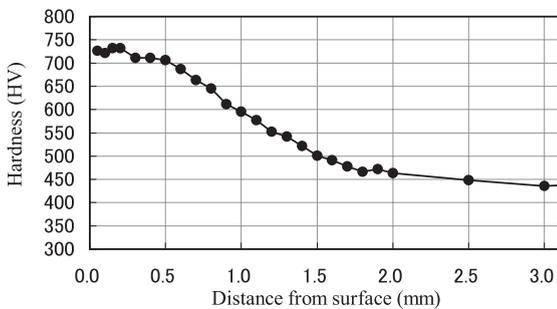


Fig.3 Hardness distribution of the specimen.

片表面から100 μ mの電解研磨を施した状態での残留オーステナイト量は19.3%であった。何れの調査結果も軸受に使用される浸炭鋼の状態として一般的のものであった。

3.2 転がり疲れ試験による組織変化の観察結果

スラスト試験によって 3.81×10^6 サイクルで生じたはく離状態の外観と、軌道接線と平行な断面での光学顕微鏡観察結果をFig.5に示す。光学顕微鏡により組織変化は、軌道直下100から300 μ mの深さの範囲に黒色帯として観察される。はく離底は黒色帯の上側（軌道面側）に合致し、150 μ m程度の水平部分を有し、軌道側（写真では上側）に伝ばしてはく離に至っている。また、はく離底のボール移動方向（荷重の移動方向）前方には、水平から若干深い方向に向かうき裂伝ばも認められる。これら黒色帯とはく離との位置関係は、筆者らがJIS SUJ2のスラスト試験片を用いた以前の研究⁹⁾において見出した結果と同様であった。すなわち、今回観察した組織変化とはく離は、狙いとした水素起因のWEA型であったと判断される。なお、今回の観察では、黒色帯内部には光学顕微鏡で識別できる白色部分は認められなかった。緒言に述べた通り、WEA型のはく離におけるき裂に沿った白色部は、二次的現象であると考えられるので、目的とする針状を呈する組織の観察をこの試験片で進めた。

次いで、軌道下150 μ mの深さの黒色帯内部をSEMに

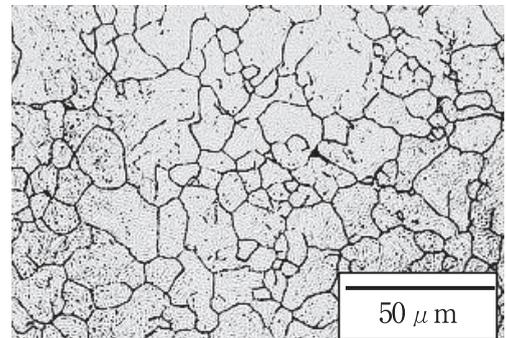


Fig.4 Prior austenite grain of the specimen.

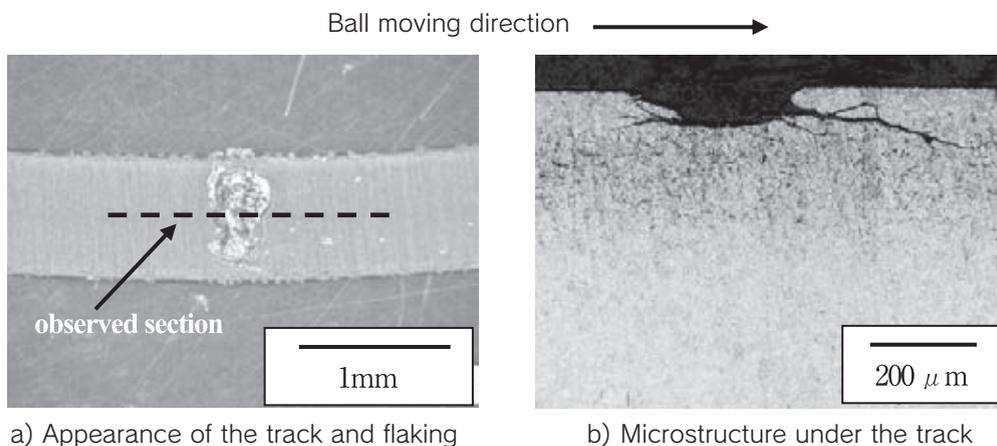


Fig.5 Appearance of the thrust test specimen and optical micrograph under the track after rolling contact fatigue test.

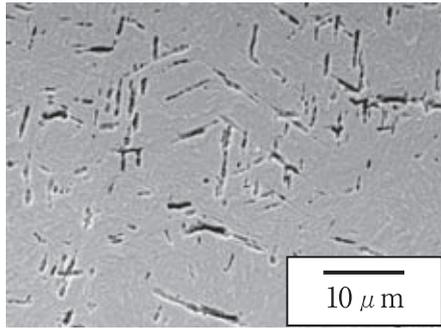
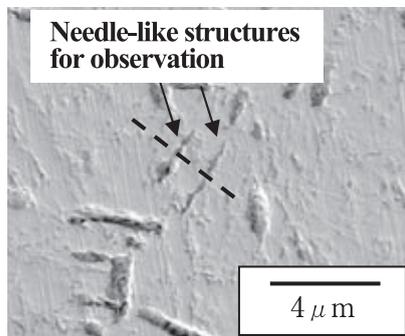


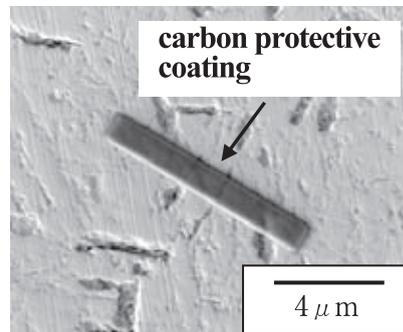
Fig.6 SEI of Needle-like structures in the specimen.

て観察した。その結果をFig.6に示す。目的とした針状を呈する組織が観察され、視野内の143本の測定において概ね5 μ m以下の長さであり、長さの平均は2.6 μ mであった。なおSEM像において、針状の向きには明瞭な規則性が見出せなかった。

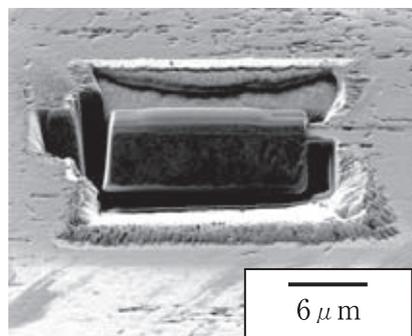
Fig.7 a)にFIBにて断面を観察するために選定した長さ約3 μ mの2本の針状を呈する組織（図中矢印）を示す。同図内には狙いの観察面を破線にて示している。Fig.7 b)はFIB加工に先立ち施したカーボン保護皮膜の状態を示し、Fig.7 c)はFIBにて3 μ mの厚みまで粗加工した状態を示す。この粗加工試料をFIB内にて、後のTEM観察用メッシュに移した。Fig.7 d)は粗加工状態で、矢印にて示すように狙った2本の針状を呈する組織が観察面内に現出できていることを示している。この状態では、針状を呈する組織



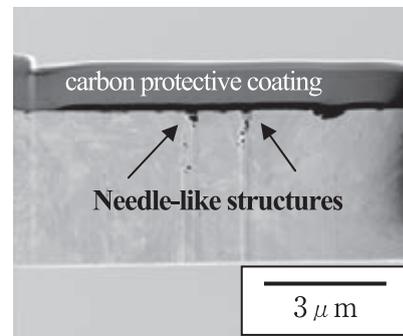
a) Section for FIB polishing operation



b) Situation of carbon protective coating



c) Rough polishing operation by FIB



d) Confirmation of rough polished section

Fig.7 Specimen preparation for Needle-like structure observation by FIB.

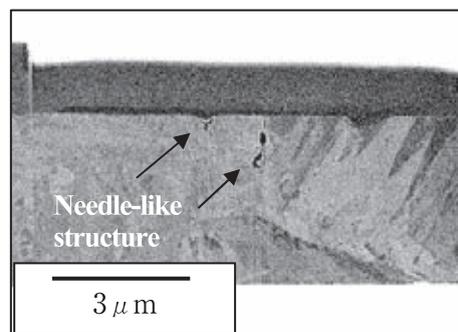
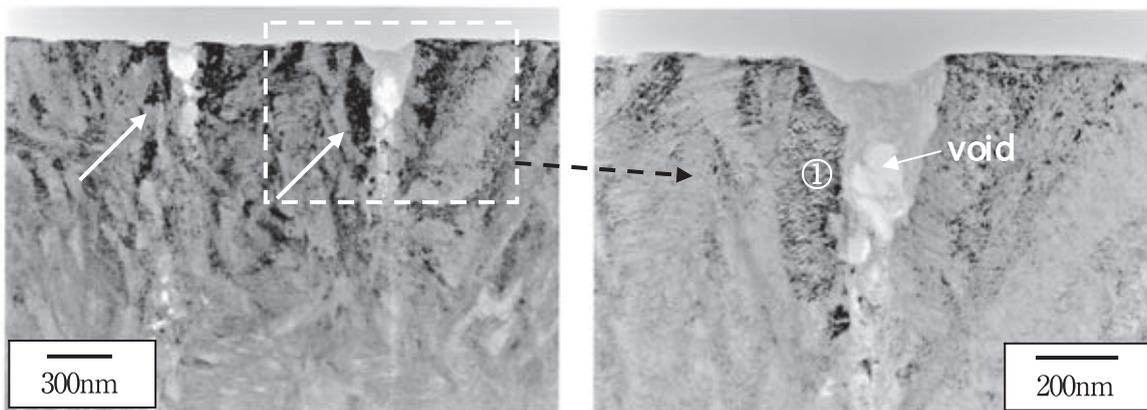


Fig.8 SIM image of finished section.

は初期のピクラー腐食状態で識別された部分からき裂状に1 μm 未満の深さを有していることが判る。なおFig.7 a)~d)はいずれもFIB装置内に付帯したSEMによる観察像である。さらに以降のTEM観察のために、100nm厚みまでFIBにて仕上げ加工を施した。この状態で、FIB装置内にてSIM観察した結果をFig.8に示す。視野の位置はFig.7 d)と同じである。このSIM像では、マルテンサイトのラスが識別される部分があり、写真内右側の針状を呈する組織が、同じ向きのラスの集団たるブロック境界に位置することが見受けられた。なお左側の針状を呈する組織では、近傍のブロック境界が明瞭ではなく、両者の関係を見出せなかった。

次いで、TEMによる観察を実施した。視野内に2本の針状を呈する組織を入れた明視野像をFig.9 a)に示す。針状部分の断面は初期のピクラー腐食面から約200nmの幅を持って深さ100nm程度の凹みを呈している。この凹みは、観察のためのピクラー腐食によるものと考えられる。その直下は他の部分とは異なり、空洞を含み写真内ではグ

レーを呈してV字型に600nm程度まで組織変化部として識別される。空洞はFIBによる試料作成時に拡大された可能性はあるが、組織変化部以外では見られないことから、組織変化に伴い生成した可能性が高いと判断される。同図b)は同図a)の右側の針状部分を拡大した同じく明視野像である。V字型の組織変化部がさらに明瞭に観察されている。Fig.10はFig.9 b)内に示した①の部分拡大した明視野像である。グレーの組織変化部 (Fig.10 内の部位②) の左側領域 (Fig.10 内の部分③) は、Fig.9では組織変化を伴わないマルテンサイトのラスと見られたが、拡大によって数nmの間隔をもって、写真内で右下がりの直線的な筋が特徴的に見出された。これらは主にfcc構造に見られる積層欠陥のように見受けられ、部位③が先の試験片調査にて19.3%の存在が確認されている残留オーステナイトであることも考えられた。この数nm幅の筋模様は、針状部分から離れた一般的なラス内には認められず、他の部位に散見される干渉縞とも区別された。当該部位③の2方向から得た回折パターンをFig.11に示す。この結果から、部位



a) bright field image of Needle-like structure
Two arrows show Needle-like structures.

b) Magnified bright field image of dotted area

Fig.9 TEM bright field image of Needle-like structures.

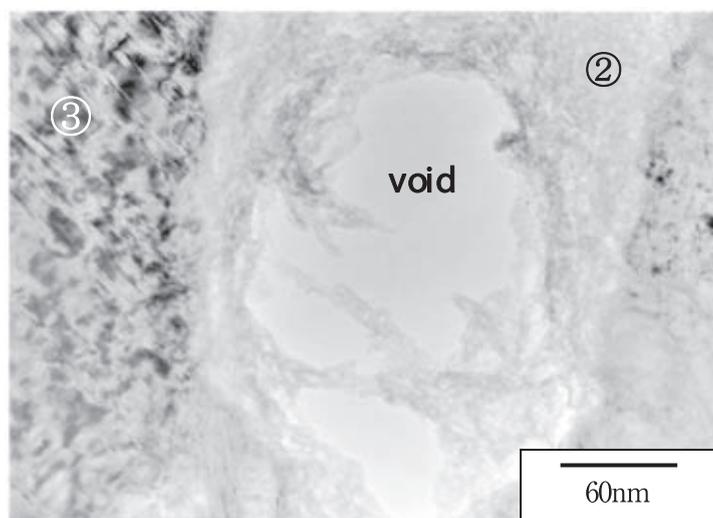


Fig.10 Magnified bright field image of area ① in Fig.9 b).

③はbcc単結晶として同定された。Fig.12は同じく部位③を多波明視野像として格子像観察した結果である。同図中にも筋状模様は確認できるが、筋模様部分での格子のキックやずれは認められず、結晶学的な界面としては同定できなかった。Fig.13は、Fig.10内の部位②であるV字型にグレーを呈する組織変化部からの回折像である。明らかなハローを呈しており、結晶質ではなくアモルファス状であるとみられた。アモルファス状部分の形成は、FIBによる試

料作成上の現象である可能性も考えられたが、針状部分にのみ認められる現象であり、疲労に伴う組織変化によるものと判断した。

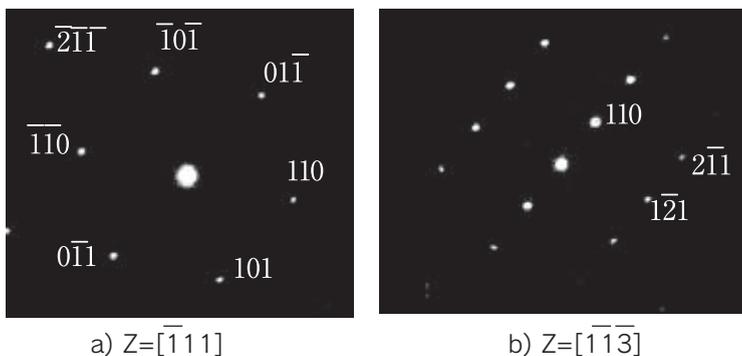


Fig.11 Diffraction patterns from area ③ in Fig.10 by two beam directions. Each pattern is identified as bcc structure.

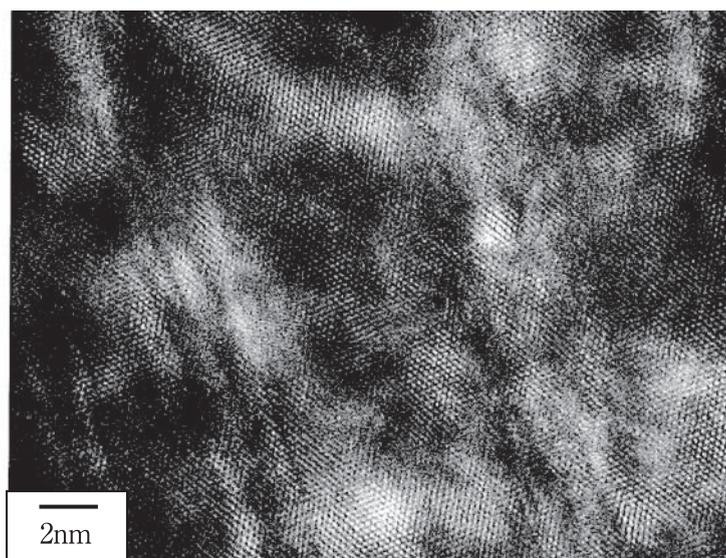


Fig.12 Lattice image of area ③ in Fig.10.

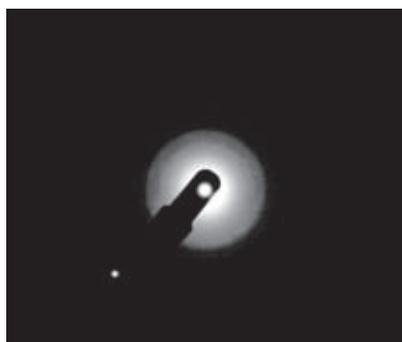


Fig.13 Diffraction pattern from area ② in Fig.10.

4. 考察

4.1 針状を呈する組織とはく離との関係

本研究の組織変化再現において、針状を呈する組織変化は光学顕微鏡による観察では、Fig.5 b)に示すように軌道下の深さ100~300 μm の深さにおいて、黒色帯として観察されており、軌道表面直下には観察されていない。またSEMにおいて、概ね5 μm 以下の針状を呈する状態として観察されている。本実験条件では、転動体との接触による静的に見た主せん断応力 (τ_{st}) の最大値を示す深さが160 μm と算出されることから、針状を呈する組織の形成には転動体の接触荷重に起因した軌道直下の微視的塑性の関与があることは濃厚である。また今回の試験片は、はく離に至っており、そのはく離底は水平(軌道に平行)向きを呈し、黒色帯の上側(軌道下約100 μm)に近い。本実験において、水平せん断応力(τ_o)が最大となる深さは120 μm と算出され、観察されたはく離底の深さに近い。昨今、内部起点型のはく離の伝ばは、動的にみたせん断応力振幅として最大となる水平せん断応力の支配によるものとの考えが支持されており^{11,12)}、本実験のはく離深さや伝ばの向きはそれを裏付けている。すなわち針状を呈する組織は、転がり疲れの負荷条件に左右されており、その発生は主せん断応力 (τ_{st}) によるものであると言える。なお微視的な領域、すなわち針状を呈する部位への塑性の局在化は水素の作用が担ったものと考えられる。水素が疲労において塑性の局在化をもたらすことは、宇山らの報告¹³⁾により明らかにされている。また針状を呈する組織は、き裂と化し、水平せん断応力 (τ_o) の最大域でその応力振幅 ($2\tau_o$) を駆動力として水平方向に伝ばするが、軌道直下の至近距離に多く発生することから、主に連結によって大型き裂と化し易く、早期のはく離を引起しているものと推測される。

4.2 針状を呈する組織の内部構造

本実験で観察された針状を呈する組織の代表として、3 μm の長さを示す同組織を選定して、FIBによりその垂直断面を現出してTEM観察した結果、観察断面で幅200nmを有し、深さ600nmまでV字型の空洞を含んだ組織変化部を有していることが判った。この観察結果から、観察した針状を呈する組織は、少なくとも幅200nm以上、厚み600nm以上の3次元形態にて存在することが明らかである。また、その組織変化部はTEMの電子線回折により結晶質ではなく、アモルファス状であることが確認されている。今回、観察の対象とした針状を呈する組織が、その厚みの中央で観察され、かつ厚み方向において対称形であると仮定した場合、3次元的にはFig.14に示すような板状の形態として存在していることが推測される。その形成位

置は、Fig.8に示すSIM像においてブロック界面であるとみられた。それは、旧オーステナイト粒径(11 μm)に対して、針状を呈する組織の分散が数 μm 程度の相互距離状態であることから裏付けられる。今回、V字型のアモルファス状部分の隣に、マルテンサイト内部が数nmの間隔で直線的な筋状を呈することが観察されている。この筋はアモルファス状部分の形成に先立つラスの分断過程に伴うものであるとも考えられるが、高分解能観察の格子像においても正体を特定できず、ここでは観察された状態の報告に止める。

一方、筆者らは以前にSUJ2の水素チャージ試験片によるWEA再現を行った際に、観察された針状を呈する組織を針状クラックと称した⁸⁾。その後、き裂とみなしてよいかどうかの検証のために、化学的な腐食に依らないアルゴンイオンによるフラットミリングで仕上げた面をSEM観察し、隙間が認められたことから針状を呈する組織は、き裂と化しているものと考えた^{2,14)}。しかしながら、今回のFIBを用いた断面観察においては、空洞を含むものの、き裂とはいえない組織変化部の存在(V字型アモルファス状部)が確認されている。両結果を照らし合せ、針状を呈する組織は、3次元的には空洞を含んだ板状を呈する組織変化であって、疲労の進行によりき裂に至っているものも含まれる状態であると推定した。

以上の観察結果から、針状を呈する組織の生成は、軌道直下の主せん断応力が高い部分において、水素の効果により塑性ひずみが局在化してアモルファス状に至り、空洞を含んで板状の組織変化を構成するものと推測された。またその生成位置はマルテンサイトブロック境界であると推定された。その後、疲労の進行によりき裂と化し、水平のせん断応力 (τ_o) の作用で、伝ばもしくは至近距離同士の連結により大型き裂を形成するものと推定される。

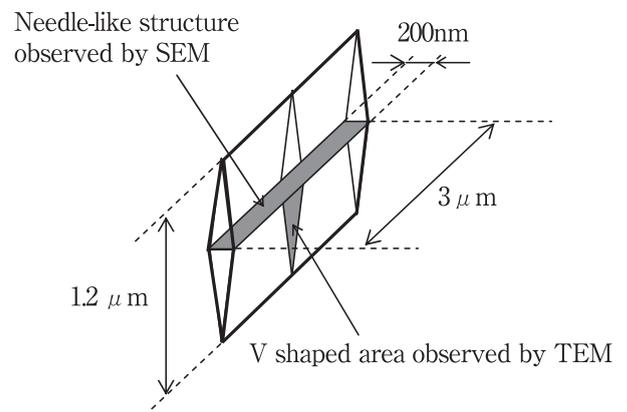


Fig.14 Three-dimensional estimated figure of Needle-like structure.

4.3 WEA型早期はく離の材料熱処理対策

以上の推定機構から、旧オーステナイト粒径をブロックサイズ未満まで微細化する方策は、針状を呈する組織変化の抑制に対して有効であると考えられる。本供試材を含め軸受として使用される高炭素状態のマルテンサイトでは、ブロックサイズの特定は困難であるが、効果を得るための微細化の目安は、5 μ m未満であると予測される。その理由は通常の旧オーステナイト結晶粒大きさの供試材において、針状を呈する組織の長さが5 μ m未満であるからである。微細化によって、針状を呈する組織変化の生成サイトを増やすことで水素の有害性が希釈されることと、生成する組織変化を短くすることが期待される。それらの効果は、後続の伝ぱや連結による大型き裂の早期形成を抑制して長寿命化効果をもたらすものと推定される。

5. 結言

・WEA型早期はく離の根本的な原因は、軌道直下の針状を呈する組織の形成である。この組織は主せん断応力が高い深さ領域において、鋼中に浸入した水素の塑性ひずみ局在化作用によりもたらされているものと推定される。

・本研究の観察では、針状を呈する組織はマルテンサイトブロックの界面において板状に形成されており、内部構造はアモルファス状であり、組織変化内部に空洞を含んでいた。

・針状を呈する組織は、疲労の進行によりき裂化し、軌道に対する水平のせん断応力が最大となる深さ近傍において、伝ぱならびに連結によって水平向き的大型内部き裂を形成する。その大型内部き裂の形成によって早期はく離は引起されているものと推定される。

・本研究の結果から予想されるWEA型はく離に対する有効な材料熱処理対策は、旧オーステナイト粒径の5 μ m未満への微細化である。

参考文献

- 1) 平岡和彦：CAMP-ISIJ, Vol.20 (2007), 424.
- 2) 平岡和彦：Sanyo Technical Report, 15 (2008), 43.
- 3) K.Maeda, H.Nakashima, N.Tsushima :
Proceedings of the Japan International Tribology Conference Nagoya, (1990), 791.
- 4) 梅本実：鉄と鋼, 94 (2008), 575.
- 5) 平岡和彦：鉄と鋼, 94 (2008), 636.
- 6) 平岡和彦：ふえらむ, 14 (2009), 33.
- 7) 平岡和彦, 長尾実佐樹, 椿野晴繁, 山本厚之：トライボロジスト, 51 (2006), 744.
- 8) 平岡和彦, 藤松威史, 常陰典正, 山本厚之：トライボロジスト, 52 (2007), 888.

- 9) 平岡和彦：兵庫県立大学工学博士学位論文, (2008), 100.
- 10) 高井健一：金属材料中の水素存在状態, 日本機械学会論文集 (A編), 70, 696 (2004) 1027.
- 11) Lundberg, A.Parmgren : Apple.Mech., 16 (1949), 165.
- 12) 村上敬宜：Sanyo Technical Report, 1, 1 (1994), 3.
- 13) 宇山秀幸, 峯 洋二, 村上敬宜, 中島 優, 森重利紀：材料, 54 (2005), 1225.
- 14) 平岡和彦：兵庫県立大学工学博士学位論文, (2008), 87.

■ 著者



平岡 和彦

■ 著者



常陰 典正