

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年5月25日現在

機関番号：13801

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2009～2011

課題番号：21560087

研究課題名（和文）3放射線の相補利用による浸炭焼入鋼の残留応力測定法の開発

研究課題名（英文）Development of Residual Stress Measurement Technique for Carburized Steel after Quenching by complementary use of three kinds of radiation

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

研究成果の概要（和文）：ホームラボX線，放射光X線，中性子線の3放射線の相補利用により，浸炭焼入した鋼に発生する残留応力の全貌を非破壊で実測できるか検討した．研究の結果，3放射線を用いることで，応力評価に必要な回折面間隔を実測できることがわかった．また，中性子ひずみスキヤニングで内部応力を，X線応力測定で硬化層の残留応力を測定することで，残留応力の全貌を測定できることを示した．

研究成果の概要（英文）：In this study, we developed a newly experimental method to measure the whole residual stress distribution from the surface to the interior of the carburized steel after quenching by complementary use of three kinds of radiation, x-ray, synchrotron x-ray and neutron beams. As a result, lattice plane spacing change in hardened case layer for stress evaluation could be determined successfully by measuring x-ray and neutron diffraction peaks. The residual stress distribution could be also evaluated by a combination of x-ray stress measurement for the carburized layer and neutron strain scanning for the interior.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	1,400,000	420,000	1,820,000
2010年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2011年度	900,000	270,000	1,170,000
総計	3,600,000	1,080,000	4,680,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：材料設計・プロセス・物性・評価，残留応力

## 1. 研究開始当初の背景

自動車やバイク等の輸送機械に用いる合金鋼部品は，表面硬度と疲労強度を向上させる目的で浸炭焼入を施すが，浸炭焼入すると部品内部に残留応力が発生して『ゆがみ』が生じ，後加工が必要となる．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が切望されている．

浸炭焼入した部品内部の残留応力の全貌を測定する手法は，浸炭硬化層の濃度勾配な

どに起因する困難さから未開発である．

## 2. 研究の目的

本研究では，極表面の測定に適したホームラボX線，内部の測定に適した中性子線，その間を補間する放射光X線に注目し，3放射線の相補利用により，浸炭部品の表面から内部にわたる残留応力の全貌を実測する新しい測定技術の開発を目指す．

そこで，研究期間内に，

(1)浸炭焼入鋼の回折面間隔から残留ひずみ

や残留応力を評価するために必要な、機械的弾性定数と炭素濃度の関係、および、無ひずみ時の回折面間隔と炭素濃度の関係を明らかにする。

(2)浸炭焼入したモデル部品を作製し、3放射線の相補利用によりモデル部品内部の残留応力の全貌を実測評価するための測定手法と評価法を開発し、浸炭焼入鋼の残留応力の全貌を明らかにする。

### 3. 研究の方法

(1)供試材はクロモリブデン鋼で、浸炭前の炭素濃度は0.20 mass%とした。実験には、図1(a)に示すブロック試験片(試験片a)を作製し、ガス浸炭と油焼入を行った後、浸炭表面から深さ方向に、厚さ約0.3mmの2種類の薄片(試験片b,c)を切出した。

実験は、試験片aを用いて断面硬度を測定し、硬化層深さを求めた。また、試験片bを用いて3放射線によるFe-211回折の回折面間隔を測定し、無ひずみ時の回折面間隔 $d_{0,211}$ と炭素濃度の関係を得た。さらに、試験片cを用いて任意の曲げ荷重を負荷し、機械的弾性定数と回折弾性定数を導いた。

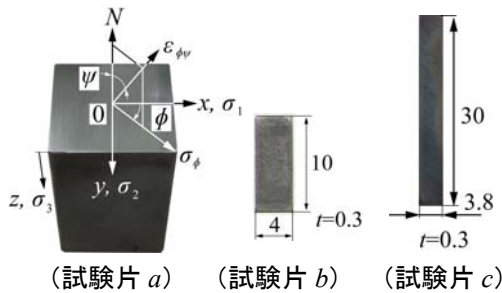


図1 浸炭焼入鋼の切出試験片

(2)残留応力測定には、図2に示す中央環状切欠きを有する円筒試験片を2個作製し、ガス浸炭と焼入を行った。1つは一部を切断し、硬化層深さや硬化層の残留応力測定用に、残りは内部の残留応力測定用に用いた。なお、円筒試験片には図2に示す円筒座標系 $r\theta z$ をそれぞれ定義した。

浸炭硬化層の残留応力分布は、試験片dを用いてX線応力測定法により測定した。実験

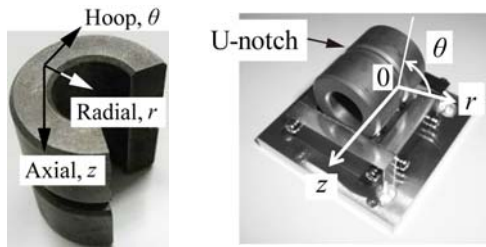


図2 応力測定用浸炭焼入した円筒試験片

は、浸炭表面を逐次研磨除去しながら、研磨面にCr-K $\alpha$ 線を照射し、並傾法でFe-211回折の $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図を測定した。残留応力は $2\theta\text{-sin}^2\psi$ 線図の傾きと上記(1)で求めた回折弾性定数から求めた。

浸炭硬化層より深い内部の残留応力分布は、試験片eを用いて中性子ひずみスキニングにより測定した。実験は、図3に示す日本原子力研究開発機構のJRR-3実験炉の中性子回折装置RESAを用い、入射側と回折側のコリメータで測定域(ゲージボリューム)を特定し、測定域をz軸上に走査しながら半径、円周および軸方向を回折面法線とする回折条件(図4参照、図は軸方向を回折面法線とする例)でFe-211回折の回折面間隔dを測定した。ついで、試験片dの内部から $2\times 2\times 3\text{mm}^3$ の小片(クーポン)を切出して回折面間隔を測定し、 $d_{0,211}$ として半径、円周および軸方向の残留ひずみと残留応力を求めた。

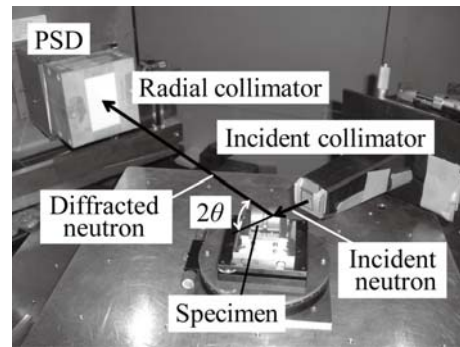


図3 中性子回折装置 RESA

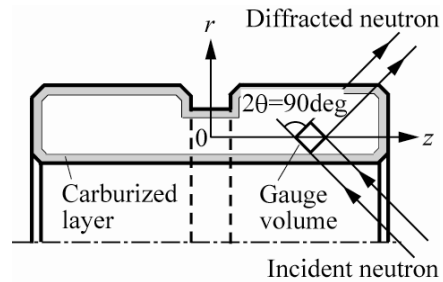


図4 中性子ひずみスキニング

### 4. 研究成果

(1)浸炭焼入鋼部品の強度や寿命は硬化層の応力状態により決まる。図5は浸炭硬化層の機械的弾性定数を実測した結果を示す。浸炭焼入後の機械的ヤング率は、硬化層より深い内部(TP3)では焼入前の値(図の●印)より小さく、硬化層(TP1, TP2)では炭素濃度の増加に伴い、内部(TP3)より高い値を示した。部品の表面強度や応力場を左右する弾性率が炭素濃度や焼入により変化し、設計応力の見積りに注意する必要があることがわかる。浸炭焼入前後の炭素濃度と弾性率の

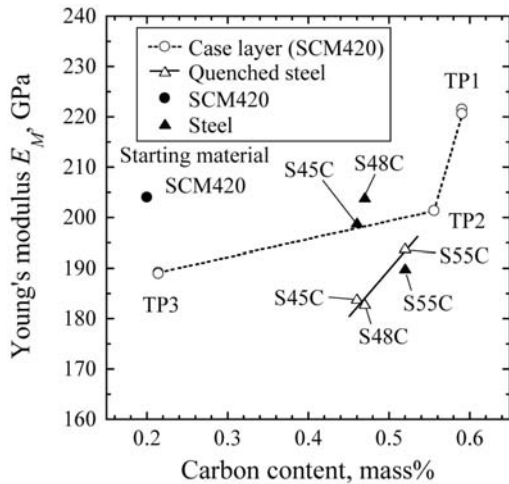


図5 浸炭焼入前後の弾性率変化

変化を実測した例はなく、材料データとして非常に重要な知見であり、熱処理シミュレーションにも寄与できる成果である。

放射線による残留応力測定では、選択した回折面の回折弾性定数が重要となる。図6は3放射線の相補利用により導いた浸炭焼入後の無ひずみ時の回折面間隔  $d_{0,211}$  の変化を示す。浸炭硬化層から切出した試験片  $b$  を用い、 $\pm 90^\circ$  揺動させながら回折中性子線を測定、かつ、X線による測定結果と比較することで、図のような回折面間隔と炭素濃度の関係を実験的に捉えることができた。

炭素濃度の異なるマルテンサイト相の格子定数については、KurdjumovやFinkらの知見が知られているが、放射線による残留応力測定に不可欠な炭素濃度の異なるマルテンサイト相や浸炭硬化層内の回折面間隔変化についての知見は国内外ともなく、得られた結果は応力の絶対値の見積もりや放射線

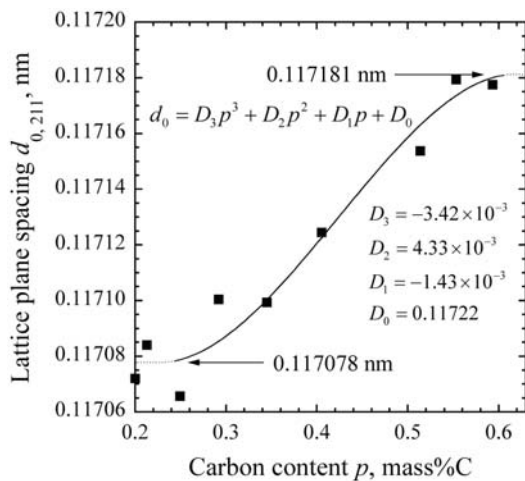


図6 浸炭硬化層の無ひずみ時の回折面間隔と炭素濃度の関係

による応力測定にとって非常に重要な知見であるといえる。

表1は、試験片  $c$  の負荷応力に対する  $2\theta\text{-sin}^2\psi$  線図の変化から浸炭焼入前後の回折弾性定数を求めた結果を示す。また、表2は、機械的ヤング率とX線応力測定における応力定数  $K$  を示す。表より、硬化層 (TP1, TP2) の回折弾性定数  $E_X/(1+\nu_X)$ ,  $E_X$  に注目すると、浸炭による炭素濃度の増加とともに内部 (TP3) に比べて増加する傾向がある。ここで、図7に浸炭焼入後の代表的な断面組織写真を示す。浸炭表面近傍ではマルテンサイト相が、全硬化層深さ域ではベイナイト組織が支配的で、浸炭焼入後の硬化層の回折弾性定数は、炭素含有量とそれに依存したマルテン

表1 Fe-211 回折の回折弾性定数

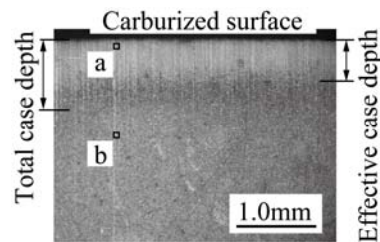
	X-ray elastic constants		
	$E_X/(1+\nu_X)$ (GPa)	$E_X$ (GPa)	$\nu_X$
TP1	196	249	0.28
TP2	203	256	0.26
TP3	172	216	0.26
S.M.	169	212	0.26

S.M. Starting material

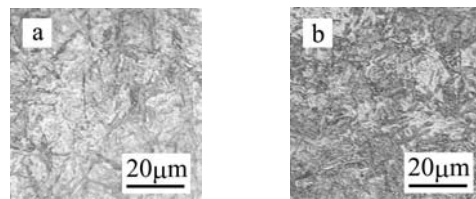
表2 機械的ヤング率と応力定数  $K$

	Mechanical Young's modulus	Stress constant
	$E_M$ (GPa)	$K$ (MPa/deg)
TP1	221	-367
TP2	201	-384
TP3	189	-325
S.M.	203	-307

S.M. Starting material



(浸炭硬化層の断面写真)



(領域 a の詳細組織) (領域 b の詳細組織)

図7 浸炭焼入後の断面組織

サイト相量に比例し、浸炭焼入前に比べて  $E_X$  は高くなったと考えられる。

一方、浸炭後の内部 (TP3) と浸炭焼入前 (S.M.) の値を比較すると、機械的ヤング率にわずかな差があるが、回折弾性定数はほぼ一致した。亜共析組織が浸炭焼入時の熱履歴によって相変態や組織が変化し、内部の硬度は 100HV ほど高くなるが、マルテンサイト変態は起きないので、浸炭焼入前後の回折弾性定数はほぼ一致したといえる。

以上、浸炭焼入鋼から切出した薄片を用いた実験により、以下のことがわかった。

- ① 浸炭焼入前後の機械的弾性定数は薄片の曲げ試験により実測可能で、内部のヤング率は焼入前より小さくなる。
- ② 浸炭硬化層の機械的および回折弾性定数は炭素濃度の上昇とマルテンサイト相量に依存して内部より高くなる。
- ③ 浸炭硬化層の無ひずみ時の回折面間隔は、中性子回折により実測可能で、その値は炭素濃度の 3 次関数で表現できる。
- ④ 浸炭硬化層の回折弾性定数は炭素濃度に比例して増加するので、浸炭焼入後の回折弾性定数や応力定数は実測する必要がある。

(2) 自動車やバイクのシャフトや歯車のような合金鋼部品を浸炭焼入する場合、目標とする全硬化層深さは 0.8mm から 2.0mm 程度である。ここで、鉄鋼材料の X 線応力測定に用いるホームラボ X 線の有効侵入深さは Cr-K $\alpha$  線で 10 $\mu$ m 程度、放射光 X 線で数百  $\mu$ m であり、浸炭硬化層と比べると非常に浅い。それに対し、中性子線の鉄鋼材料に対する有効侵入深さは 25mm 程度と十分深い。回折中性子の強度が非常に低いため、実用測定上の最小空間分解能は約 2mm 程度で、硬化層内の応力変化を測定できる空間分解能は有していない。加えて、浸炭焼入鋼部品では、硬化層と硬化層以外の炭素濃度が大きく異なるため、放射線による残留応力測定は硬化層とそれ以外で分けて行う必要がある。

本研究では、X 線と中性子線の特徴を活かして、硬化層の応力測定には X 線を、硬化層より深い内部の応力測定には中性子線を用いることとした。

図 8 は、円筒試験片  $d$  の上端面を  $z$  軸方向に逐次研磨除去しながら X 線応力測定を繰り返して得た残留応力分布を示す。JIS G 0557 に準拠して円筒試験片  $d$  の全硬化層深さを求めると 0.79mm であった。また、図のプロットは、表 2 の浸炭焼入前の応力定数  $K$  を用いた場合の結果である。

図より、浸炭表面近傍には、浸炭表面に平行な面内にはほぼ等 2 軸の圧縮残留応力が発生し、その最大値は約 -600MPa であることがわかる。また、圧縮残留応力は浸炭表面からの深さが増加するにつれて次第に減衰し、

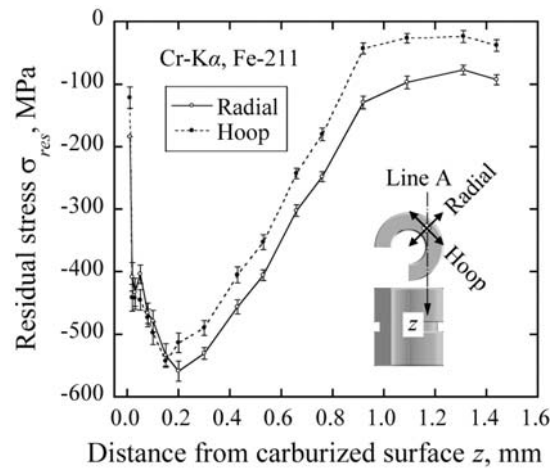


図 8 浸炭硬化層の残留応力分布

全硬化層深さでほぼゼロに漸近した。さらに、その後研磨除去を継続しても引張残留応力は測定されなかった。このことは、浸炭表面近傍の残留応力は、硬化層に分布する固有ひずみにより発生し、硬化層の固有ひずみが除去されると硬化層直下の残留応力は解放されることを示唆している。また、浸炭硬化層より深い内部の残留応力に対しては、硬化層を除去しない非破壊測定法で行う必要があることがわかった。

図 9 は、円筒試験片  $e$  の  $z$  軸上の回折中性子線から計算した回折面間隔変化を示す。図には円筒試験片  $d$  から切出した小片の回折面間隔の平均値を実線で示した。図より、 $0 \leq z < 15$ mm の内部では、円周方向と軸方向に膨張し、半径方向に収縮していることがわかる。一方、浸炭硬化層近傍の  $z > 15$ mm では、半径方向と円周方向が膨張し、軸方向が収縮していることがわかる。また、小片の回折面間隔の平均値と図 6 の炭素濃度 0.20mass% の回

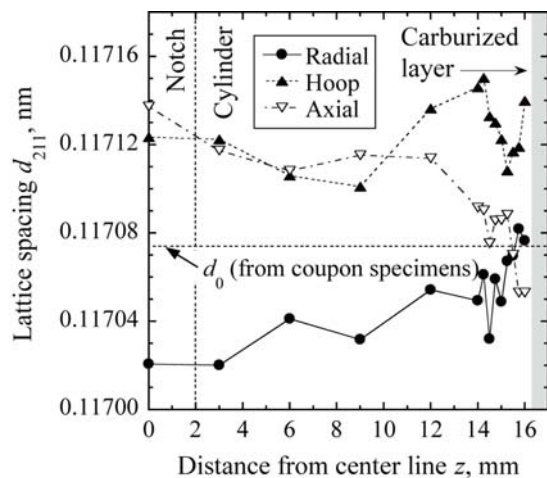


図 9 円筒試験片内部の回折面間隔と内部から切出した小片の回折面間隔

折面間隔はほぼ一致し、無ひずみ時の回折面間隔を測定する方法として本研究で行った実験が妥当であることがわかる。

そこで、中性子ひずみスキニングの結果から3方向の垂直ひずみを次式より求めた。なお、 $d_{0,211}$ は小片の平均値、 $i$ は半径 $r$ 、円周 $\theta$ および軸 $z$ の3方向とした。

$$\varepsilon_i = (d_{i,211} - d_{0,211}) / d_{0,211} \quad (1)$$

図10は、浸炭焼入した円筒試験片 $e$ 内部の残留ひずみ分布を示す。図より、切欠き部中央から円筒部中央にかけて、浸炭層より深い内部領域には円周と軸方向に引張ひずみが、半径方向に圧縮ひずみがそれぞれ残留していることがわかった。また、浸炭層に近づくにつれて半径方向と円周方向はいずれも引張方向に、軸方向は圧縮方向に残留ひずみが変化することがわかった。

変速ギアのように、非対称形状や段付き部、切欠き部等を有する円筒部品を浸炭焼入すると、部品内部の残留応力状態は場所によって非常に複雑になり、半径、円周および軸方向の垂直応力成分が常に主応力であるとは限らない。放射線を用いた残留応力測定においては、生産コストを低減する意味でもできる限り主応力軸方向を見出して最小限の時間と費用で測定を行うことが求められる。しかし、回折中性子線の計数効率は非常に低く、主応力方向を決める実験は任意方向の測定が必要になる等、多大な時間を要し、容易ではない。

そこで、3方向の垂直ひずみから次式により半径、円周および軸方向の垂直応力を求めた。 $\sigma_i$ と $\varepsilon_i$ は注目する残留応力と残留ひずみ、 $\varepsilon_j$ と $\varepsilon_k$ は残り2方向の残留ひずみを示す。

$$\sigma_i = \frac{E_x}{(1+\nu_x)(1-2\nu_x)} \{ (1-\nu_x)\varepsilon_i + \nu_x(\varepsilon_j + \varepsilon_k) \} \quad (2)$$

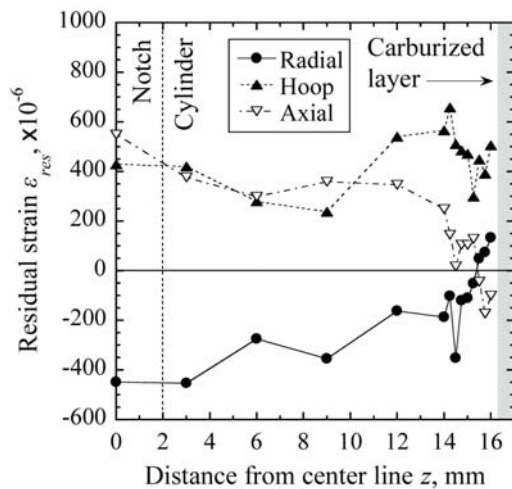


図10 円筒試験片内部の $z$ 軸上の半径、円周および軸方向の垂直ひずみ分布

図11は、浸炭焼入した円筒試験片 $e$ 内部の残留応力分布を示す。なお、上式の計算で用いるX線の弾性定数は表1のTP3の値を用いた。切欠き中央から円筒部中央にかけて、円周と軸方向に引張応力が発生しているのに対し、円筒部中央から浸炭層に近づくにつれて、軸方向の引張応力がほぼゼロになり、硬化層直下では半径と円周方向に引張応力が発生していることがわかる。一方、図8に示したように円筒試験片端面の浸炭層を逐次研磨除去しながらX線残留応力測定を繰り返すと、浸炭層には浸炭表面に平行な面内の半径と円周方向に圧縮残留応力が発生し、図11の浸炭硬化層直下の引張残留応力へと変化するようになる。

一方、中性子ひずみスキニングにより浸炭層直下の領域から得られる回折中性子線の回折線幅は、切欠き中央の回折線幅に比べて円周方向で最大1.2倍程度の広がり(Broadening)であるのに対して、浸炭層から切出した試験片 $b$ の回折線幅は最大3.7倍と大幅に広がることがわかった。このことは、浸炭層直下に発生する引張残留応力は、主に浸炭層内の圧縮残留応力にバランスするように発生した弾性応力であることを示唆している。

以上、X線と中性子線の特徴を活かして、浸炭焼入した円筒試験片の残留応力を浸炭層とそれ以外の領域に分けて測定した結果、以下のことがわかった。

- ①浸炭硬化層の残留応力はホームラボX線で測定可能で、その分布は浸炭表面に平行な面内ほぼ等2軸の圧縮応力が発生し、浸炭表面からの深さの増加とともに減衰する。
- ②浸炭層より深い内部領域の残留応力は中性子ひずみスキニングにより測定可能で、その分布は切欠き中央から円筒部中央にかけて円周と軸方向に引張応力が発生するのに対し、円筒部中央から浸炭層に近づくにつ

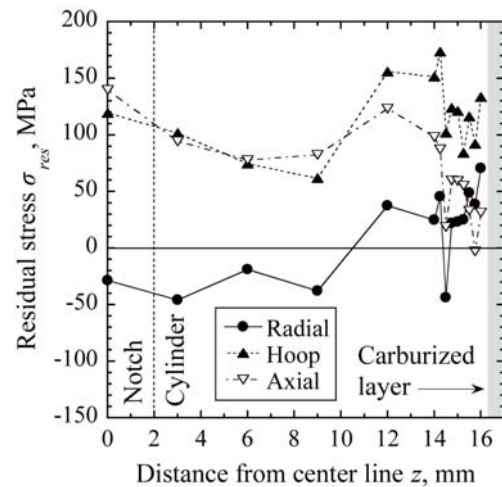


図11 円筒試験片内部の $z$ 軸上の半径、円周および軸方向の垂直応力分布

れて、軸方向の引張応力はほぼゼロに、半径と円周方向には引張応力が発生する。

③浸炭硬化層の回折線幅は、マルテンサイト変態とそれに起因する圧縮残留応力の発生に伴い内部領域に比べて大幅に広がる。

④X線と中性子線の相補利用により、浸炭焼入部品の内部に発生する残留応力の全貌を十分な精度で測定できる。

#### 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4件)

- ① 坂井田喜久, 川内基範, 菖蒲敬久, クロムモリブデン鋼の浸炭焼入後の硬化層の回折面間隔変化, 材料, 査読有, 第60巻-第7号, 2011, 649-654.
- ② 坂井田喜久, 芹澤崇宣, 卍山下道哉, 中性子ひずみスキニングによる浸炭焼入したクロムモリブデン鋼内部の残留ひずみ測定, 材料, 査読有, 第60巻-第7号, 2011, 630-635.
- ③ Y. Sakaida, S. Yamashita and M. Manzanka, Residual Stress Distribution in Hardened Case Layer of Cr-Mo Steel after Carburizing and Quenching, Materials Science Forum, 査読有, Vol. 681, 2011, 346-351.
- ④ Y. Sakaida, T. Serizawa, M. Kawauchi and M. Manzanka, Residual Stress Evaluation of Carburized Transmission Steel Gear Using Neutron and Synchrotron X-ray Diffraction and Finite Element Methods, Materials Science Forum, 査読有, Vol. 652, 2010, 31-36.

[学会発表] (計14件)

- ① Y. Sakaida, Residual Strain Distribution in Chrome Molybdenum Steel after Carburizing and Quenching by Neutron Strain Scanning, The 6th International Conference on Mechanical Stress Evaluation by Neutrons and Synchrotron Radiation, 2011年9月7日, University of Hamburg.
- ② 山下翔平, クロムモリブデン鋼の浸炭焼入後の残留応力に及ぼす浸炭処理条件の影響, 日本材料学会第45回X線材料強度に関するシンポジウム, 2011年7月8日, ルーテル市ヶ谷センター.
- ③ 坂井田喜久, 浸炭層のX線的弾性定数に及ぼす炭素濃度の影響, 日本材料学会第45回X線材料強度に関するシンポジウム, 2011年7月8日, ルーテル市ヶ谷センター.
- ④ 山下翔平, 弾塑性有限要素法による浸炭焼入鋼内部の残留応力解析, 日本機械学会東海支部第60期総会講演会, 2011年3

月15日, 豊橋技術科学大学.

- ⑤ 坂井田喜久, 浸炭焼入材の残留応力評価, 日本材料学会第59期第8回塑性工学部門委員会, 2011年2月14日, 日本材料学会.
- ⑥ 坂井田喜久, 放射光X線を含む3放射線を用いた浸炭鋼のハイブリッド残留応力測定法の開発, 第2回SPRING-8合同カンファレンス, 2010年11月4日, 東京ステーションカンファレンス.
- ⑦ 坂井田喜久, 構造材料の残留応力, 日本鉄鋼協会第2回鋼材矯正後の残留応力予測技術検討会, 2010年10月20日, 静岡大学.
- ⑧ 坂井田喜久, 浸炭焼入鋼のX線残留応力測定, 日本機械学会M&M2010材料力学カンファレンス, 2010年10月9日, 長岡技術科学大学.
- ⑨ 山下翔平, X線による浸炭焼入鋼の硬化層の残留応力測定, 日本材料学会第44回X線材料強度に関するシンポジウム, 2010年7月8日, 日本材料学会.
- ⑩ 坂井田喜久, 中性子線回折による浸炭焼入鋼内部の残留応力測定, 日本材料学会第44回X線材料強度に関するシンポジウム, 2010年7月8日, 日本材料学会.
- ⑪ 坂井田喜久, クロムモリブデン鋼の浸炭焼入硬化層の回折面間隔変化日本材料学会第44回X線材料強度に関するシンポジウム, 2010年7月8日, 日本材料学会.
- ⑫ Y. Sakaida, Residual Stress Distribution of Carburized Steel after Quenching Evaluated by X-ray Diffraction and Finite Element Methods, The 8th European Conference on Residual Stresses, 2010年6月28日, Riva del Garda, Italy.
- ⑬ 芹澤崇宣, 弾塑性有限要素法による浸炭歯車の残留応力解析, 日本機械学会東海支部第59期総会講演会, 2010年3月9日, 名城大学.
- ⑭ Y. Sakaida, Residual Stress Evaluation of Carburized Steel Using Neutron Diffraction and Finite element Methods, The 5th International Conference on Mechanical Stress Evaluation by Neutrons and Synchrotron Radiation, 2009年11月10日, ホテルレイクビュー水戸.

#### 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・准教授  
研究者番号: 80283399