

令和 5 年 6 月 12 日現在

機関番号：10103

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2020～2022

課題番号：20K05146

研究課題名(和文) X線CTを援用したシリアルセクションングによる微細組織の定量評価手法の確立

研究課題名(英文) Establishment of a method for quantitative evaluation of microstructures by serial sectioning using X-ray CT

研究代表者

楠本 賢太 (Kusumoto, Kenta)

室蘭工業大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：30764998

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、X線CTを用いて炭化物形態を観察し、耐摩耗性に及ぼす炭化物の影響を定量評価した。高クロム白鉄を基本組成とし、炭素量を3.0～4.0%、チタンを0～2.0%と変化させた。各試料の共晶炭化物量は約40%と同一量である。X線CTにより、炭化物粒径は5～30μmとなり、チタン量増加に伴い、粒径は低下した。高温エロージョン摩耗の支配因子として、炭化物面積率、炭化物の種類及び高温硬さが挙げられるが、本鉄系ではこれらの影響は小さい。一方、炭化物粒径と摩耗量には相関関係が認められ、粒径の低下に伴い、良好な耐摩耗性を示した。よって、初晶炭化物粒径が耐摩耗性に大きく影響を及ぼすことが明らかとなった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

炭化物形態は粉体衝突時の塑性変形を抑制させる効果があり、中でも炭化物粒径が耐摩耗特性向上に寄与していることを定量的に明らかにしたことは、今後の耐熱耐摩耗合金開発における合金設計および微細組織観察手法として価値がある。今後、炭化物粒径のみならず、分布や体積を統計処理し、定量評価を試みることで、将来的に様々なニーズに応じた最適合金設計が可能となり、耐摩耗材料の新たな品質評価手法となり得る。

研究成果の概要(英文)：In this study, carbide morphology was observed using X-ray CT to quantitatively evaluate the effect of carbides on wear resistance. High-chromium white cast iron was used as the basic composition, and the carbon content was varied from 3.0% to 4.0 mass% and the titanium content from 0 to 2.0 mass%. X-ray CT showed that the carbide grain size ranged from 5 to 30 μm, decreasing with increasing titanium content. The dominant factors in high temperature erosion wear are carbide area fraction, carbide type, and high temperature hardness, but these factors have little effect in this cast iron family. On the other hand, a correlation was observed between the primary carbide grain size and wear rate. It was found that the wear resistance increase as carbide grain size decrease. Therefore, it is clear that the primary carbide grain size has a significant effect on wear resistance.

研究分野：材料工学

キーワード：エロージョン摩耗 高クロム白鉄 炭化物の微細化 X線CT

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

原動機や産業機械をはじめとする多くの機器は摩耗環境下で使用させる場合が多く、その部材の耐摩耗性が製品の性能や信頼性を左右する。また、部材の耐摩耗性は機器の運用経費とも直接関係し、経済的な点からも摩耗は重要な技術課題となっている。部材の摩耗寿命延長のため、高合金鑄造材料に着目し、金属材料中の微細な晶出・析出炭化物及び基地組織制御が耐熱耐摩耗特性に有効であることを実証してきた。しかし、炭化物の三次元形態や体積率等を二次元画像から求め、定量評価するのは極めて困難であった。

光学顕微鏡やエネルギー分散型 X 線分析装置を用いた摩耗表面および摩耗面近傍の断面観察を二次元的に行った結果から、炭化物の形状や量が耐摩耗特性向上に定性的に寄与していることが明らかとなっている。しかしながら、炭化物の形態や分布が耐摩耗性に与える影響について、定量的に評価することが課題である。

2. 研究の目的

本研究では、耐熱耐摩耗材料の開発を目指して、X 線 CT を使用し炭化物の可視化を行い、形態および分布を三次元観察し、共晶炭化物と高温エロージョン摩耗との相関性を定量的に明らかにする。合金設計および評価手法の確立を目的とする。

3. 研究の方法

供試材は炭素(C)を 3.0, 3.5, 4.0 mass%(以下, mass 省略), Ti を 0, 1, 2 % と変化させた 9 種類の高クロム白鑄鉄(鑄放し材)である。組織観察には走査型電子顕微鏡(SEM)を用いた。また、(SKYSCAN2214, プルカー・ジャパン)により、組織中の炭化物を可視化し、面積率などを調査した。X 線の透過を考慮し、試験片寸法は、 $2 \times L10$ の丸棒とした。測定条件は、FPD 検出器にて分解能を $1.65 \mu\text{m}$ とし、管電圧-管電流を $80\text{kV}-110 \mu\text{A}$ 、撮影時間を 4 時間とした。この撮影条件は、CCD 検出器・FPD 検出器、管電圧-管電流を $80 \sim 110\text{kV}-60 \sim 110 \mu\text{A}$ の範囲にて試行を行い、炭化物が検出可能な条件を選定した。

高温エロージョン摩耗試験には、高温環境下を再現可能な高温エロージョン摩耗試験機を使用した。試験条件は、供試材及び粉粒体温度を 1173 K 、空気温度を 773 K とした。粉粒体速度 30 m/sec で総噴射量 2000 g のアルミナグリッドを試験片に衝突させた。試験片寸法は $50 \times 50 \times 10 \text{ mm}$ とし、衝突角度を $30, 60$ 及び 90 deg. とした。摩耗試験前後における供試材の質量差から摩耗体積を算出し摩耗量とした。なお、摩耗量の評価には損傷速度(cm^3/kg)を用いた。損傷速度は被衝突材の摩耗体積を粉体の総噴射量で除したものである。

4. 研究成果

供試材の SEM 像を図 1 に示す。各供試材では Cr を主体とする板状の M_7C_3 が晶出、Ti を添加した供試材では粒状 MC 炭化物の晶出が確認された。また、 M_7C_3 は、炭素量増加に従い、粒径が大きくなっている。一方、Ti 添加により、 M_7C_3 の粒径が小さくなった。

X 線 CT から得られた CT 像を用い、これら炭化物を定量的に解析した。本鑄鉄における M_7C_3 の可視化に最適な条件は、FPD 検出器、管電圧-管電流を $110\text{kV}-110 \mu\text{A}$ であった。CT 像の例を図 2 に示す。①～⑤ は各断面に対応する CT 像であり、濃い灰色で示されているものが M_7C_3 である。いずれの供試材においても、試験片の採取方向は同一なため、①の CT 像では細長い針状となり、②の CT 像では粒状になる。摩耗試験片の試験面は、③の面となるため、この面における M_7C_3 粒度分布を算出した。その結果を図 3 に示す。

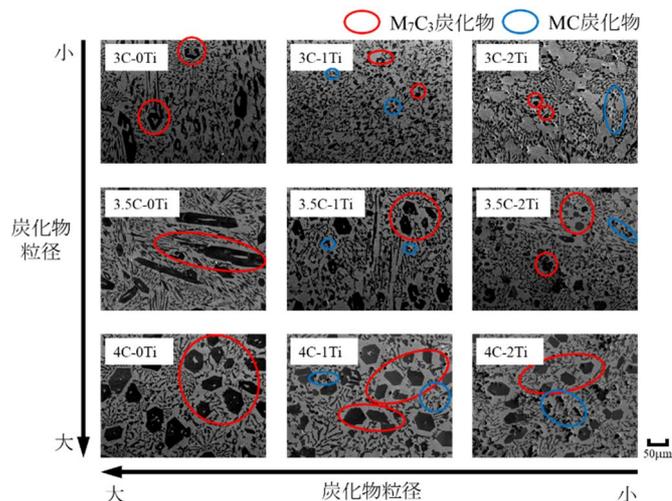


図 1 各供試材の SEM 像

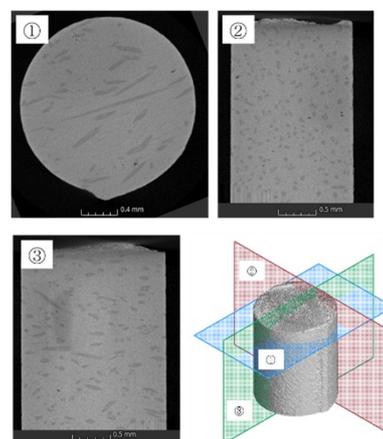


図 2 CT 像の一例

いずれの供試材においても炭化物面積率は約 40 % で大きな差異は見られなかった。炭化物の平均粒径は 3C-0Ti, 3C-2Ti, 4C-0Ti 及び 4C-2Ti 供試材でそれぞれ 12.6 μm , 6.7 μm , 32.6 μm , 19.8 μm となった。C 含有量増加に伴い、炭化物が粗大, Ti 添加量増加に伴い炭化物が微細になり, Ti 添加による炭化物微細化効果が認められた。

組織に大きな差異が見られた 3C-0Ti, 3C-2Ti, 4C-0Ti 及び 4C-2Ti 供試材の組織観察結果, 高温硬さ, 炭化物面積率及び初晶 M_7C_3 炭化物の平均粒径を表 1 に示す。3C-0Ti, 3C-2Ti, 4C-0Ti 及び 4C-2Ti 供試材の高温硬さはそれぞれ, 176 HV, 154 HV, 149 HV, 194 HV となり, C 含有量及び Ti 添加量との相関は見られなかった。

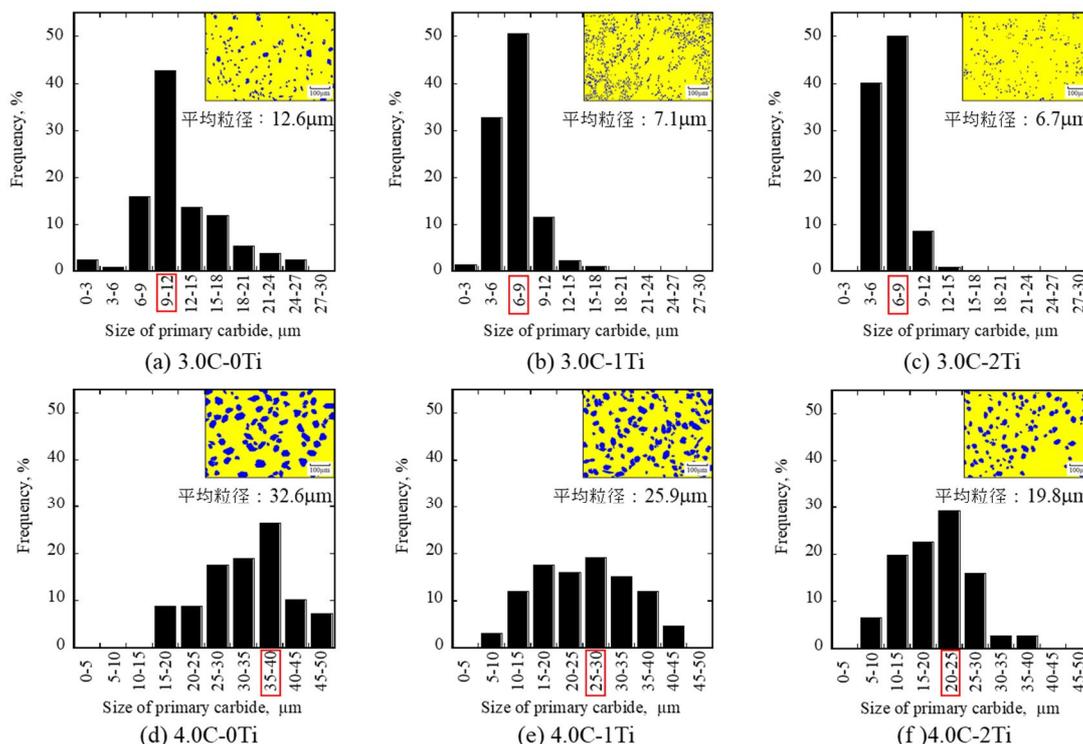
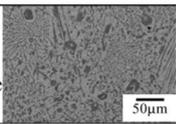
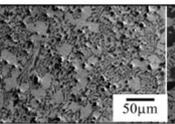
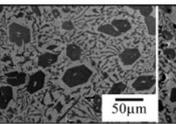
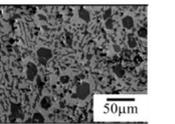


図 3 M_7C_3 炭化物粒度分布

表 1 供試材の SEM 像, 硬さおよび炭化物の面積率と平均粒径

	3C-0Ti	3C-2Ti	4C-0Ti	4C-2Ti
Micro structure				
High temperature hardness	176 HV	154 HV	149 HV	194 HV
Carbide area ratio	41.2 %	39.2 %	39.4 %	40.5 %
Carbide average particle size	12.6 μm	6.7 μm	32.6 μm	19.8 μm

高温エロージョン摩耗試験において, 3C-2Ti が最も良好な摩耗特性を示した。高温エロージョン摩耗の支配因子として, 炭化物面積率, 炭化物の種類及び高温硬さが挙げられる。しかしながら, 本鋳鉄系では炭化物面積率に大きな差異はなく, TiC 晶出量が 0~8 % と少量であることから, これらが損傷速度に影響を及ぼすとは考え難い。また, 高温硬さと損傷速度の相関も認められないことから, 初晶 M_7C_3 粒径が損傷速度に大きく影響を及ぼしたと推察される。

高温エロージョン摩耗特性に及ぼす炭化物粒径の影響を調査するため, 各供試材の衝突角度 30 deg. における損傷速度と初晶 M_7C_3 粒径を図 4 に整理した。損傷速度が最大となった 4C-0Ti 供試材と最小となった 3C-2Ti 供試材を比較すると約 26 % 減少し, M_7C_3 粒径と損傷速度の相関関係が認められた。しかしながら, 耐摩耗特性向上には, M_7C_3 の晶出は必要であるため, M_7C_3 粒径の明確な下限値まで明らかにすることはできなかった。また, 同一炭素量で比較すると, 2Ti 供試材は 0Ti 供試材に比べ, 損傷速度が約 10 % 減少した。

初晶 M_7C_3 炭化物粒径が損傷速度に与える影響を明らかにするため, 各供試材で最大摩耗量を示した衝突角度 30 deg. における摩耗断面の SEM 像を図 5 に示す。各供試材とも M_7C_3 の粉碎, 粒状化が確認された。また, 各供試材の粒径が約 14 μm 以上の比較的粗大な M_7C_3 が摩耗面から脱落している様子が確認された。一方, 粒径が約 14 μm 以下の炭化物は粉碎されているものの, 摩耗面からの脱落は確認できなかった。

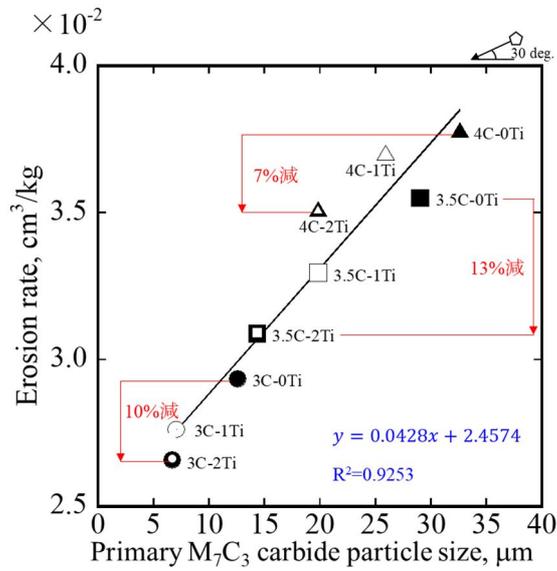


図4 損傷速度と初晶 M_7C_3 炭化物粒径の関係

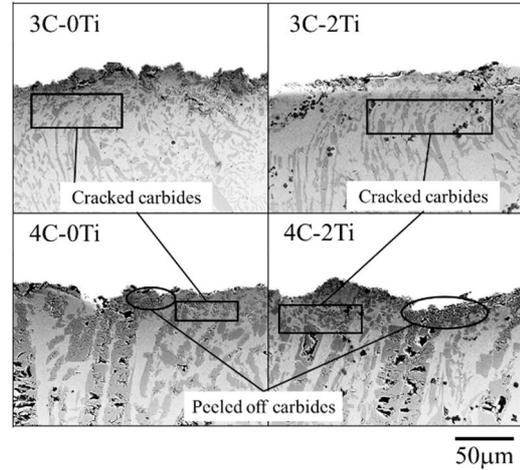


図5 衝突角度 30deg.における摩耗断面

今後も実験を継続し、炭化物粒径のみならず、分布や体積、さらには種々の炭化物にも展開し、複雑かつマルチスケールな微細組織の評価を目指す。これらを定量評価することにより、将来的に様々なニーズに応じた最適合金設計が提案可能となる。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計4件（うち査読付論文 4件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Purba Riki Hendra, Kazumichi Shimizu, Kenta Kusumoto, Takayuki Todaka, Masato Shirai, Hiroya Hara, Jun Ito	4. 巻 159
2. 論文標題 Erosive wear characteristics of high-chromium based multi-component white cast irons	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Tribology International	6. 最初と最後の頁 106982 ~ 106982
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.triboint.2021.106982	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Takayuki Todaka, Kazumichi Shimizu, Kenta Kusumoto, Riki Hendra Purba, Yila Gaqi	4. 巻 61
2. 論文標題 Effect of Carbon Content on Three-body Abrasive Wear Characteristics of 28Cr-3Ni Cast Alloys	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 2274 ~ 2283
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-099	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Riki Hendra Purba, Kazumichi Shimizu, Kenta Kusumoto, Yila Gaqi, Takayuki Todaka	4. 巻 275
2. 論文標題 Effect of boron addition on three-body abrasive wear characteristics of high chromium based multi-component white cast iron	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Materials Chemistry and Physics	6. 最初と最後の頁 125232 ~ 125232
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.matchemphys.2021.125232	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 村瀬滋哉, 清水一道, 楠本賢太, 松本大樹, 長船康裕, リキ ヘンドラ プルバ	4. 巻 92
2. 論文標題 熱応力解析による超硬合金鑄ぐるみ多合金白鑄鉄の割れおよび変形に対する予測手法の検討	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 鑄造工学	6. 最初と最後の頁 339-344
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計10件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 2件）

1. 発表者名 Riki Hendra Purba, Kazumichi Shimizu, Kenta Kusumoto
2. 発表標題 Effect of molybdenum addition on three-body abrasive wear behavior of high chromium white cast irons
3. 学会等名 The 12th International Symposium on the Science and Processing of Cast Iron (SPCI-XII) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Yila gaqi, Kazumichi Shimizu, Kenta Kusumoto
2. 発表標題 Effect carbon and titanium addition on erosive wear characteristics of high chromium white cast iron
3. 学会等名 The 12th International Symposium on the Science and Processing of Cast Iron (SPCI-XII) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 楠本賢太
2. 発表標題 高合金系耐摩耗鋳造材料の組織制御および摩耗特性に関する研究
3. 学会等名 日本鋳造工学会第178回全国講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 伊豆裕介、清水一道、楠本賢太
2. 発表標題 耐摩耗鋳鉄のエロージョン摩耗における炭化物形状の影響
3. 学会等名 日本鋳造工学会第178回全国講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 門間雄大、清水一道、楠本賢太、YILAGAQI、根本雄大
2. 発表標題 チタンを添加した高クロム白鑄鉄の高温エロージョン摩耗特性
3. 学会等名 日本鑄造工学会第177回全国講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 根本雄大、清水一道、楠本賢太、門間雄大
2. 発表標題 高クロム白鑄鉄のアブレッシブ摩耗特性における及ぼすチタンの影響
3. 学会等名 日本鑄造工学会第177回全国講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 YILAGAQI、清水一道、楠本賢太、根本雄大、門間雄大
2. 発表標題 高クロム白鑄鉄の摩耗特性における炭素及びチタンの影響
3. 学会等名 日本鑄造工学会第177回全国講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 根本雄大、清水一道、楠本賢太、村瀬滋哉、白井雅人、原宏哉、伊藤淳
2. 発表標題 超硬合金鑄ぐるみ多合金白鑄鉄の高温エロージョン摩耗特性と接合要件
3. 学会等名 日本鑄造工学会第176回全国講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 伊藤慎、河合秀樹、大石義彦、埜上洋、楠本賢太、清水一道、Tambang manik
2. 発表標題 共焦点レーザー顕微鏡を用いた過共晶Fe-C-Cr合金におけるM7C3炭化物の形成過程観察
3. 学会等名 日本鑄造工学会第176回全国講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 作見智之、清水一道、楠本賢太、白井雅人、原宏哉、伊藤淳
2. 発表標題 高クロム系多合金白鑄鉄のアプレシブ摩耗特性に及ぼすB添加の影響
3. 学会等名 日本鑄造工学会第176回全国講演大会
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究 分担 者	清水 一道 (Shimizu Kazumichi) (60206191)	室蘭工業大学・大学院工学研究科・教授 (10103)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------