

機関番号：55503

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23560109

研究課題名(和文) 高強度・高信頼性球状黒鉛鑄鉄の開発

研究課題名(英文) Development of high strength and reliable spheroidal graphite cast iron

研究代表者

西村 太志(Nishimura, Futoshi)

徳山工業高等専門学校・機械電気工学科・教授

研究者番号：70189314

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,200,000円、(間接経費) 1,260,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では高強度・高じん性であり、静的特性に優れている球状黒鉛鑄鉄に対してラジカル窒化を適用し、疲労強度、耐摩耗性向上を実現し、高強度で高信頼性を有する球状黒鉛鑄鉄を開発することを目的に研究を行った。二種類の条件でラジカル窒化を施した結果、いずれの条件においても球状黒鉛鑄鉄の疲労強度改善方策としてラジカル窒化が効果的であり、鑄放し材に比べて疲労強度が向上することが明らかとなった。また、ラジカル窒化を施すことによる耐摩耗性の低下もほとんど見られなかった。球状黒鉛鑄鉄においては表面に2 μ m程度の化合物層を生成するラジカル窒化が、疲労強度、耐摩耗性を兼ね備えた条件であることが明らかとなった。

研究成果の概要(英文)：Spheroidal graphite cast iron has high strength and high toughness in the static property. However, it is well known that the fatigue strength is not so great. On the other hand, surface treatment that hardens surface and generates the compressive residual stress is an effective method to delay the crack initiation.

In this study, radical nitriding, one of superior surface treatment methods, was applied to ferritic spheroidal graphite cast iron and the effect of nitriding on the mechanical property (hardness, wear resistance and fatigue strength) were investigated in comparison with as cast one. Fatigue strength was increased by nitriding. Fracture started from microshrinkages or abnormal graphites in the same manner as that of as cast iron. The cause of these results was the hardened layer and the compressive residual stress, which suppressed the initiation of the surface crack.

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：球状黒鉛鑄鉄 ラジカル窒化 高サイクル疲労 疲労強度 耐摩耗性

1. 研究開始当初の背景

球状黒鉛鑄鉄は高強度で高じん性かつ加工性にも優れていることから、軽量化をめざす自動車部品を中心に利用が拡大してきたが、鑄造欠陥（引け巣）等の存在による疲労強度の低下や信頼性の克服が求められており、さまざまな試みがなされているものの、まだ十分な成果が得られている状況にはない。

一方、申請者は、疲労寿命が3つの因子（初期き裂長さ、限界き裂長さ、相対き裂伝ば速度）に支配されることを提示[機論 A, 63-608, pp.657-664 (1997)]しているが、この概念を用いると、疲労寿命向上方策が明確になる。これを図1に模式的に示す。

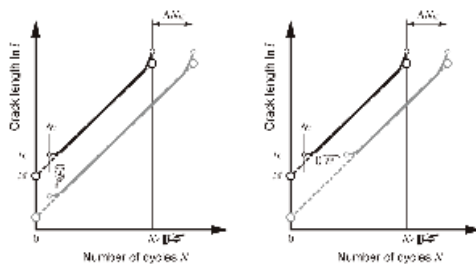


図1 き裂伝ば曲線模式図

すなわち、き裂の発生時期を遅らせ、初期き裂長さを短くすることにより疲労寿命は向上する。球状黒鉛鑄鉄の場合、き裂は表面近傍に存在する鑄造欠陥から発生し、これが寿命を短くする最大の要因となっている[Proc. of the 3rd International Structural Engineering and Construction Conference, 293-298 (2005)]。それゆえ、疲労寿命を向上するには引け巣からのき裂発生を防ぐことが有効であると考えられる。そのため効果的な方法として表面改質がある。

表面改質の方法にはいろいろあるが、申請者はこれまで窒化法のひとつであるラジカル窒化を用いて各種材料に表面改質を施し、それらの疲労強度を調べることにより疲労強度向上にラジカル窒化が有効なことを明らかにしてきた。

表面改質の方法にはいろいろあるが、申請者はこれまで窒化法のひとつであるラジカル窒化を用いて各種材料に表面改質を施し、それらの疲労強度を調べることにより疲労強度向上にラジカル窒化が有効なことを明らかにしてきた。

ラジカル窒化法は硬くて厚い改質層を生成し、後加工も不要になるなど優れた特性を持っているとともに複雑形状の部品にも適用できるため、複雑形状を有する鑄造部品にも適用可能であり、工業的価値も大きい。また、大きな圧縮残留応力も誘起することから、窒化層が表面近傍の鑄造欠陥を無害化することも考えられるが、球状黒鉛鑄鉄に関し、そのような観点からの検討はなされていない。

2. 研究の目的

本研究では、球状黒鉛鑄鉄の疲労特性向上に対するラジカル窒化の効果について把握し、ラジカル窒化による球状黒鉛鑄鉄の疲労強度、耐摩耗性向上を実現し、高強度で高信

頼性を有する球状黒鉛鑄鉄を開発することを目的に研究を行った。

3. 研究の方法

球状黒鉛鑄鉄の疲労強度に影響を及ぼす因子は数多くある。中でも表面近傍に存在する鑄造欠陥が最も大きな影響を及ぼすことから鑄造欠陥の大きさをそろえるため、新たに Y ブロックに鑄込んだフェライト系球状黒鉛鑄鉄 (FCD400) 材料を用いて検討を行う。組織写真を図2に示す。化学成分を表1に、画像処理 (PC Image, Color Image Analysis) により求めた黒鉛性状パラメータを表2に示す。

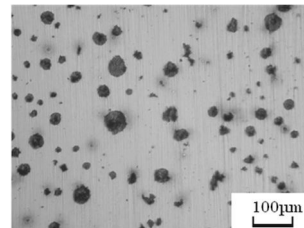


図2 組織写真

表1 化学成分

C	Si	Mn	P	S	Mg
3.72	2.5	0.56	0.016	0.008	0.041

表2 黒鉛性状

D_m (μm)	N_g ($1/\text{mm}^2$)	f_g (%)	h_g (%)
23.0	203	9.89	70.7

D_m : Average graphite diameter N_g : Nodule count
 f_g : Area fraction of graphite h_g : Nodularity

FCD400 に対し、 NH_3 と H_2 の混合ガス中でラジカル窒化処理を施した。窒化層厚さを変化させるため、従来の窒化条件（化合物層厚さ $2\mu\text{m}$ ）に加え、化合物層が厚くなる条件（化合物層厚さ $6\mu\text{m}$ ）でも窒化を行った。それら試料に対して以下の調査を行い、ラジカル窒化の有効性を検証した。

(1) 組織観察、硬さ試験及び残留応力測定

FCD400 へのラジカル窒化の効果調べのため、窒化材の横断面をエメリーペーパーおよびバフ研磨により試料面を鏡面状に仕上げ、5% ナイタル液で1分30秒腐食を行い、光学顕微鏡で組織観察を行った。また、マイクロビッカース硬さ試験機を用いて硬さ分布の測定を行った。硬さ分布は試験荷重 0.4903N にて表面から $500\mu\text{m}$ の深さまで測定するとともに、残留応力を測定した。

(2) 耐摩耗性試験

トライボメータを用いて摩耗試験を行い、表面改質本来の目的である摩耗に対するラジカル窒化の有効性を検証した。

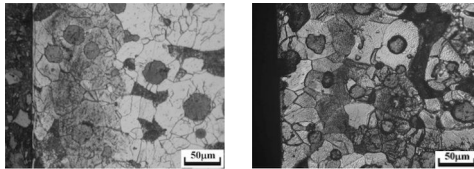
(3) 高サイクル疲労試験

それらの試料に対し、小野式回転曲げ疲労試験機による高サイクル疲労試験を実施し、疲労強度向上に対するラジカル窒化の効果を把握するとともに最適窒化条件を明らかにした。

4. 研究成果

(1) 組織観察、硬さ試験及び残留応力測定

ラジカル窒化処理により生じた改質層の状況を知るために、窒化材の表面近傍の組織を観察した。図3に2 μm 窒化材、6 μm 窒化材の横断面写真を示す。これより、2 μm 窒化材では表面に2~3 μm の化合物層が生成されており、拡散層は表面から100 μm 程度の深さまで生じていることがわかる。一方、6 μm 窒化材では化合物層厚さは6 μm 程度と厚くなっているものの拡散層厚さは2 μm 窒化材とほぼ同程度であった。



2 μm 窒化材 6 μm 窒化材

図3 窒化による組織変化の観察

図8にそれぞれの窒化材の横断面におけるピッカース硬さ分布を示す。これより、2 μm 窒化材の表面硬さは約HV740、表面直下はHV500と表面での硬さは母材(約HV200)の約3.7倍の硬さとなっており、フェライト部の硬さは内部にいくにつれ傾斜機能的に変化していることがわかる。また、6 μm 窒化材でも、硬さは2 μm 窒化材と同様に傾斜機能的に変化しているものの、表面硬さはHV980、表面直下でHV850と、いずれも2 μm 窒化材の1.3倍以上の硬さを示している。このことから、化合物層を厚くすることにより表面付近の硬さが向上することが明らかとなった。一方、黒鉛部はラジカル窒化を施しても硬さに変化は見られなかった。これらのことから、ラジカル窒化を施すことにより硬くなるのはフェライトの硬さ向上によるものであるといえる。

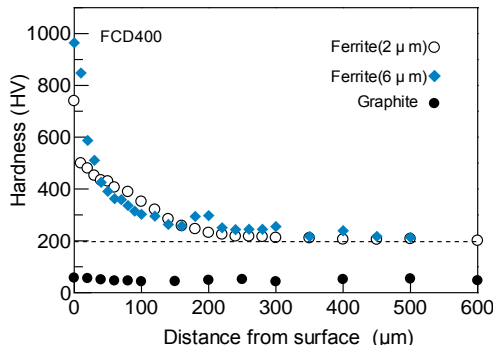


図4 硬さ分布

ラジカル窒化によって生じた残留応力を調べるため、窒化材表面および表面から10 μm 、20 μm 、50 μm 、110 μm 、380 μm 電解研磨した試験片の残留応力をX線残留応力測定装置により測定した。図9に2 μm 窒化材の表面近傍における残留応力分布を示す。これより、鋼にラジカル窒化を施した場合と同様に、図4で示した硬さ分布にほぼ対応した圧縮残留応力が生じていることがわかる。表面近傍では420MPaの圧縮残留応力が生じているが、表面から内部になるほど残留応力値は低下している。

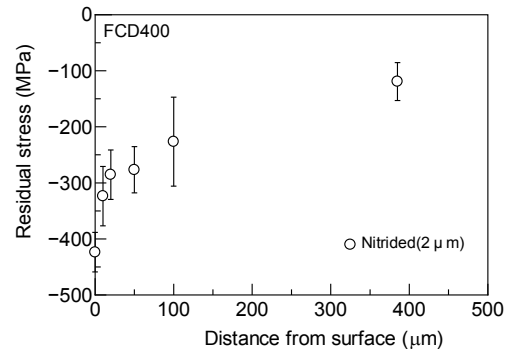
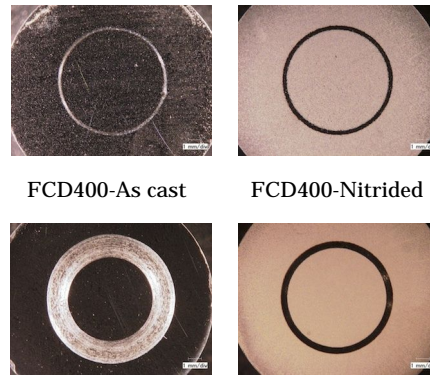


図5 窒化材の残留応力分布

(2) 耐摩耗性試験

図6に、室温で摩耗試験した後の鑄放し材及び2 μm 窒化材の試験片表面における摩耗痕をそれぞれ示し、表3に室温で得られた摩耗試験結果をまとめて示す。ここには比較のため普通鑄鉄(FC250)の結果も併記している。



FC250-As cast FC250-Nitrided
図6 摩耗試験後の試験片表面の摩耗痕

表3 摩耗試験結果

	FCD400		FC250	
	As cast	Nitrided	As cast	Nitrided
最大摩耗量 (μm)	1.2	3.0	110.0	8.3
摩耗痕断面積 $A(\mu\text{m}^2)$	137.5	472.5	112376.6	1808.6
全摩耗体積 $V(\text{mm}^3)(\times 10^{-6})$	3.454	11.87	2822.9	45.43
比摩耗量 $W(\text{mm}^2/\text{N})(\times 10^{-12})$	5.76	19.8	4700	75.7

また、各材の比摩耗量を比較したものを図7に示す。表3および図11より、FC250では窒化材のほうが鑄放し材よりも最大摩耗痕深さが約1/13、比摩耗量が約1/60となっており、ラジカル窒化を施すことにより耐摩耗性が飛躍的に向上することがわかる。これは、窒化により表面硬さが硬くなるためである。一方、FCD400では鑄放し材の摩耗特性はFC250窒化材より優れており、球状黒鉛鑄鉄の摩耗特性が非常に優れていることがわかる。しかしながら、FCD400ではラジカル窒化を施すことにより最大摩耗痕深さ、比摩耗量とともに若干増加しており、窒化を施すことにより摩耗特性が多少悪くなっている。

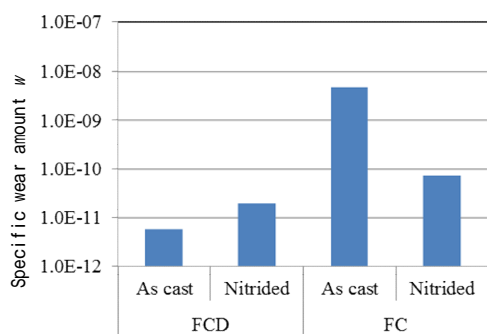
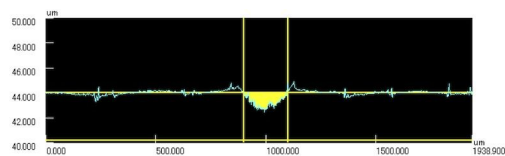
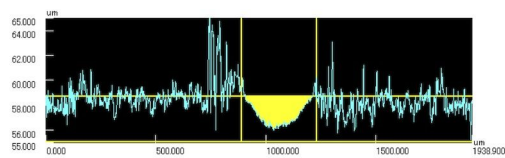


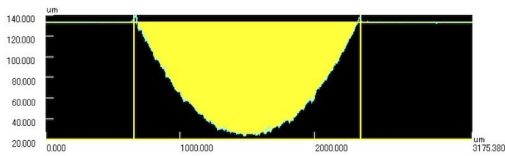
図7 比摩耗量の比較



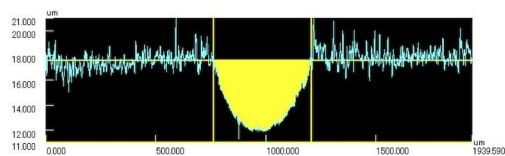
(a)FCD400 鑄放し材(縦軸 40μm - 50μm)



(b)FCD400 2μm 窒化材(縦軸 55μm - 65μm)



(c)FC250 鑄放し材(縦軸 20μm - 140μm)



(d)FC250 2μm 窒化材(縦軸 11μm - 21μm)

図8 摩耗痕断面形状

図8にレーザー顕微鏡により測定した摩耗痕断面形状を示す。ここでは、摩耗痕の大きさが各材で大きく異なるため、スケールを適宜変更して示している。これより、FCD400とFC250のどちらも鑄放し材では鏡面状であった試験片表面が、ラジカル窒化を施すことにより多少荒れていることがわかる。ラジカル窒化材の最大摩耗痕深さや比摩耗量の算出には、摩耗前の基準表面として窒化によって荒れた表面の高低差の平均値を用いた。FC250では窒化を施すことにより最大摩耗深さ、比摩耗量が飛躍的に減少したため、基準表面の取り方の影響はほとんど見られなかったが、FCD400は鑄放し材においても最大摩耗痕深さ、比摩耗量が小さいため、基準表面の取り方が原因となり見かけ上それらの値が増加したものと考えられる。

このことから、FCD400はもともと摩耗特性に非常に優れた材料であり、硬さおよび疲労特性を向上させる目的でラジカル窒化を施しても耐摩耗性を損なうことはないものと考えられる。

(3) 高サイクル疲労試験

図9に回転曲げ疲労試験により得られた2μm窒化材と6μm窒化材のS-N曲線を鑄放し材と比較して示す。矢印の付与されているマークは破断しなかったために中断した試験を示す。これより、窒化材の疲労強度は有限寿命域、疲労限ともに鑄放し材よりも向上しており、窒化が疲労特性の向上に有効であることが明らかである。また、2μm窒化材と6μm窒化材を比較すると、2μm窒化材の方が6μm窒化材よりも比較的高応力の有限寿命域での強度が高く、また内部破壊へと推移する応力が上昇している。鑄放し材に対する疲労限の向上割合は2μm窒化材で35%、6μm窒化材で50%となっている。これより、窒化は疲労特性の向上に有効であるが、化合物層厚さが小さいほど有限寿命域での疲労強度がより向上することが明らかとなった。

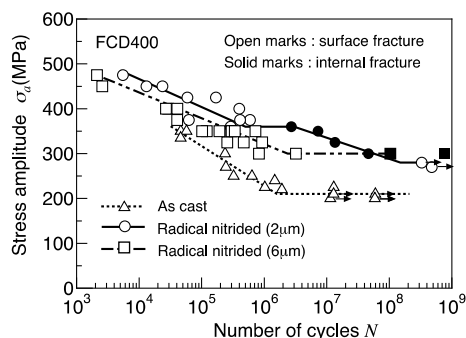


図9 S-N 曲線

次に、鑄放し材に比べて窒化材の疲労強度が向上した理由を調べるために、レプリカ法によるき裂測定を行った。図10に鑄放し材および6μm窒化材のき裂伝ば曲線を示す。横軸に破断時の応力繰返し数 N_f とき裂測定

時の応力繰返し数 N の比 N/N_f を、縦軸にき裂長さを取っている。これより、鑄放し材では繰返しのごく初期に、100 μm 程度のき裂が発生しており、き裂長さの対数を取った場合のき裂伝ば曲線はほぼ一直線となっていることがわかる。一方、窒化材においては、繰返しの初期ではき裂は発生しておらず、 N/N_f が 0.8 を越えるあたりで 200 μm 程度のき裂が発生し、発生直後から加速的に成長し、破壊に至っている。また、その傾向は応力振幅に依存していないことがわかる。これらのことより、有限寿命域において窒化材の疲労寿命が鑄放し材の疲労寿命よりも長くなった要因は、窒化による硬さの向上と、窒化によって生じた圧縮残留応力の存在により、き裂の発生が抑えられるためだと考えられる。

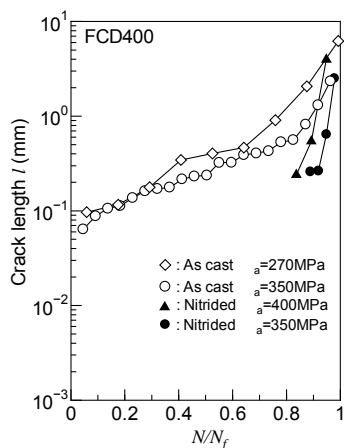


図 10 き裂伝ば曲線

実験を実施した試験片について破面観察を行い、強度変化の違いの原因について検討を行った。図 11 に回転曲げ疲労試験後の鑄放し材と窒化材の破断面を比較して示す。図 11(a) は $\sigma_a=225\text{MPa}$ の鑄放し材、(b) は $\sigma_a=450\text{MPa}$ の 2 μm 窒化材、(c) は $\sigma_a=400\text{MPa}$ の 6 μm 窒化材、(d) は $\sigma_a=300\text{MPa}$ の 6 μm 窒化材を示している。これより、鑄放し材では、表面近傍の引け巣あるいは異常黒鉛を起点としてき裂が発生しており、だ円状に伝ばしていることがわかる。一方、窒化材では 2 μm 窒化材、6 μm 窒化材ともに疲労破面に全周にわたるリング状のぜい性的破面が観察され、疲労き裂伝ば部は三日月状であった。

図 12 に鑄放し材と窒化材の疲労破壊起点を比較して示す。ここでは、すべて図 11 と同じ試験片の破壊起点を示している。鑄放し材は表面近傍に引け巣が存在しており、き裂は引け巣を起点として発生していることがわかる。また、実験したすべての試験片で破壊起点は表面あるいは表面近傍に存在する引け巣であった。一方、窒化材の高応力側では 2 μm 窒化材、6 μm 窒化材ともに表面近傍に引け巣が存在したが、リング状破面部分はぜい性的で平坦であり、引け巣も一部分が露出していた。また、ぜい性的な破面は 6 μm 窒化材の方が顕著であった。

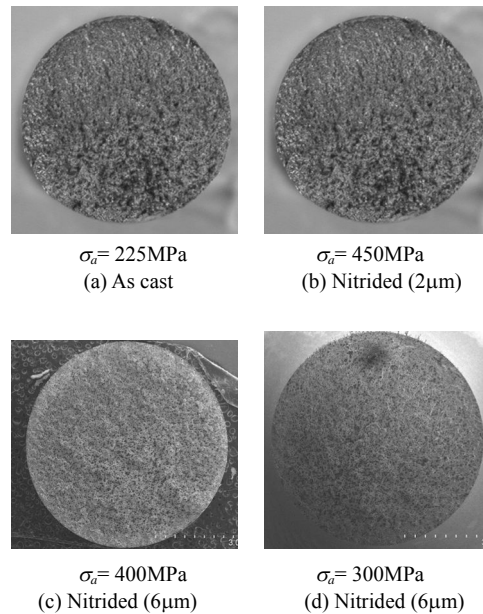


図 11 破断面観察

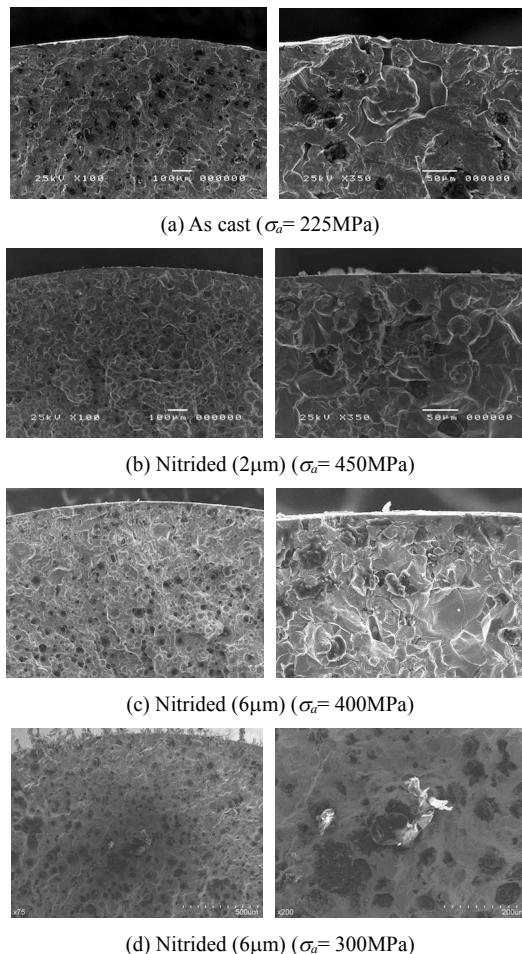


図 12 破壊起点の観察

以上のことから、回転曲げ疲労試験において窒化材の疲労強度がいずれの応力振幅においても向上したのは、窒化による硬さ向上によりき裂の発生時期が遅くなったのに加え、ラジカル窒化によって生じる圧縮残留応

力の存在によりき裂の伝ばが遅くなったためであると考えられる。また、6 μ m窒化材の疲労強度が有限寿命域で2 μ m窒化材よりも低くなった原因は、窒化層厚さを厚くすることにより表面硬さが向上するものの、ぜい性的になりき裂伝ば速度が速くなるためと考えられる。一方、6 μ m窒化材のほうが2 μ m窒化材よりも内部破壊へ遷移する応力繰返し数が増加したのは、表面近傍の圧縮残留応力が大きくなり、内部破壊を生じる起点がより内部に移動したため、表面に達するまでの繰返し数が増大したためと考えられる。また、塑性変形を伴わない低応力での繰返しでは表面近傍に存在する引け巣からのき裂発生が抑制され、内部の介在物を起点とした内部破壊へと推移したことから、ラジカル窒化が表面近傍の欠陥を起点とした破壊の抑制に効果的であると考えられる。

5. 主な発表論文等

〔学会発表〕(計 3 件)

1. ラジカル窒化を施した球状黒鉛鋳鉄のき裂伝ば特性
日本機械学会 技術と社会部門講演会
(2013.10)
松田光史、西村太志
2. ラジカル窒化を施したFC250の高サイクル疲労特性の検討
日本機械学会 九州支部福岡講演会
(2012.9)
西村太志、藤井 光
3. ラジカル窒化を施した球状黒鉛鋳鉄の疲労強度に及ぼす欠陥寸法の影響
日本材料学会 第61期学術講演会(2012.6)
西村太志、森野数博

6. 研究組織

(1)研究代表者

西村 太志 (NISHIMURA FUTOSHI)
徳山工業高等専門学校・機械電気工学科・教授
研究者番号：70189314

(2)研究分担者

森野 数博 (MORINO KAZUHIRO)
呉工業高等専門学校・その他部局等・その他
研究者番号：90099870
(H23 まで分担者として参画)