

令和元年5月24日現在

機関番号：11401

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2017～2018

課題番号：17K14847

研究課題名（和文）過飽和マルテンサイト組織を起点とした鉄基マイクロポーラス材料の迅速・安定作製技術

研究課題名（英文）Rapid and Stable Fabrication Technique of Iron-base Microporous Material Starting from Supersaturated Martensitic Structure

研究代表者

後藤 育壮（GOTO, Ikuzo）

秋田大学・理工学研究科・助教

研究者番号：10632812

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,400,000円

研究成果の概要（和文）：鉄基マイクロポーラス材料の迅速・安定作製を目指し、鑄鉄の成長挙動に対する影響因子について検討した。その結果、Al添加により成長が促進されたが、試験片寸法が小さい場合やAl添加量が多い場合は、酸化の影響が顕著であった。一方、マルテンサイト相を含む試験片では、試験片寸法や雰囲気の影響が軽減された。このことから、マルテンサイト化に伴うマイクロ組織の均質化が、成長挙動の安定化に有効であると考えられる。

研究成果の学術的意義や社会的意義

種々の金属・合金においてポーラス（多孔質）化に関する研究が進みつつあるが、鉄基合金に関しては、マイクロポーラス材料は実現されていない。一方、鑄鉄が加熱・冷却サイクルにより膨張する現象は成長と呼ばれ、寸法変化や強度低下が問題となる。また、成長の際には空隙が形成されるが、これを利用して鑄鉄に潤滑油を含浸させた軸受も広く使用されている。このような含油軸受の製造プロセスでは、成長を効率的に生じさせる技術が重要となる。

研究成果の概要（英文）：Factors influencing the growth behavior of cast iron were investigated to achieve the rapid and stable fabrication of iron-base microporous material. The results showed that the growth was promoted by the aluminum addition, and that there were significant effect of the oxidation under the conditions of the small specimen and/or large amount of aluminum content. Meanwhile, the effects of the specimen size and/or atmosphere were reduced by using the specimens including martensitic phase. This result suggests that the microstructural homogenization associated with the martensitic transformation is effective for the stabilization of the growth behavior.

研究分野：鑄造工学

キーワード：鑄鉄 熱処理 黒鉛 酸化 寸法 密度 マルテンサイト アルミニウム

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

種々の金属・合金においてポーラス（多孔質）化に関する研究が進みつつあるが、鉄基合金に関しては、ロータス（レンコン）型以外のマイクロポーラス材料は実現されていない。一方、鋳鉄には、共析変態温度前後での加熱・冷却サイクルに伴い、不可逆的な体積膨張（成長）が生じる性質がある。この成長に伴い寸法精度や機械的性質が低下することから、主に成長を防止するための研究が行われてきた。また、特に片状黒鉛鋳鉄では、成長の際に黒鉛の固溶・再析出時の不可逆移動に伴い空隙が形成されることを利用して、潤滑油を含浸させた給油不要な軸受としても用いられている。この含油軸受は、形状や寸法に関する製造上の制限が少ないことから、産業機械や二輪車の駆動系を中心に利用されている。このような含油軸受の製造プロセスでは、成長を効率的に生じさせる技術が重要となる。鋳鉄の成長には、次の2つの挙動が大きく関与していることが示唆されている。

(i) 黒鉛不可逆移動：オーステナイト（ ）中へ一旦固溶した黒鉛の再析出が、初期組織とは異なる位置において生じること。

(ii) 黒鉛化：セメントナイト（ Fe_3C ）などを含む非平衡（準安定）組織に対し、等温保持などにより炭素拡散を促進させ、黒鉛とフェライト（ ）からなる平衡（安定）組織に近づけること。

また、1回目の加熱・冷却サイクルによるそれぞれの寸法増加率の理論値は、Fe-C系状態図に基づくと、次のように見積もることができる。

(i) ' 全ての黒鉛が不可逆移動するとすれば、約1.3%（パーライト パーライトの場合）～1.9%（ の場合）の線膨張が見込まれる。実際には可逆・不可逆移動の両方が生じることから、単純平均により約0.6～1.0%と見積もられ、約0.8%の成長が生じると考えられる。

(ii) ' パーライト 変態時の黒鉛化膨張に伴い約1.3%の成長が見込まれる。

これらを両立して得るための方策としては、次の2点が導き出される。

(i) ' ' の変態を生じさせ、黒鉛不可逆移動に関与する黒鉛を増やす。

(ii) ' ' そのためにまずパーライト 変態を生じさせておき、同時に黒鉛化膨張も得る。

これらを踏まえた条件下で熱膨張試験を行ったところ、変態温度付近や 領域での等温保持を含む1回の加熱・冷却サイクルにより、理論値である約2.3%を上回る寸法増加が得られる場合があった。一方、 領域での等温保持の際にも膨張や収縮が生じており、このことは前述の(i)、(ii)のみでは説明できないことから、酸化などの他の現象の影響が示唆された。さらに、凝固組織の違いの影響や、元素添加による膨張率の変化も示唆されている。

2. 研究の目的

本研究の目的は、空隙率が大きい鉄基マイクロポーラス材料を迅速かつ安定的に作製する技術を確立することである。そのために本研究では、鋳鉄の成長挙動に対する影響因子について検討した。さらに本研究では、主に加熱中の黒鉛化促進により体積膨張を安定的に得るために、マルテンサイト相を含む過飽和状態の均質な非平衡基地組織を起点として用いることを提案し、その効果についても検討した。なお、この場合の加熱・冷却サイクル1回後の寸法増加率の理論値は、約3.7%と見積もられる。また、マルテンサイト組織の形成には焼入れ（溶体化・急冷処理）が必要であるが、 Fe_3C を含む組織を起点とした黒鉛化処理に比べ、短時間で黒鉛化が可能であることも期待できる。

3. 研究の方法

(1) 予備実験方法

供試材には、Fe-3.8%C-3.3%Siを基準として、無添加及び3%Al、0.2%Sn、0.4%Zrをそれぞれ添加した片状黒鉛鋳鉄铸件を作製して用いた。なお、基地組織は、0.4%Zr添加時のみパーライト基地であり、それ以外はフェライト基地であった。加熱・冷却サイクル条件を表1に示す。試験片寸法は、高さ10×長辺幅5×短辺幅5mm（長辺幅 短辺幅）、高さ10×長辺幅7.5×短辺幅3.3mmの2種類とし、試料表面は錆の見られない切断面とした。一部の試験片に対しては、表1に示すように、加熱・冷却中の変態温度付近や最高温度において、60minの等温保持を行った。各試験片の加熱・冷却サイクル前後の寸法をマイクロメータで測定した。

表1 加熱・冷却サイクル条件

供試材	無添加	3%Al	0.2%Sn	0.4%Zr
使用機材・雰囲気	熱機械分析装置（TMA）・ N_2 フロー（100ml/min）			
加熱・冷却速度	± 20 /min			
加熱中等温保持温度・時間（一部）	665 ・ 60min	655 ・ 60min	665 ・ 60min	655 ・ 60min
最高温度	1060			
最高温度保持時間（一部）	60min			
冷却中等温保持温度・時間（一部）	745 ・ 60min	735 ・ 60min	730 ・ 60min	725 ・ 60min
サイクル回数	1回			

(2) 実験方法

供試材には、Fe-3.5%C-2%Si を基準として、0(無添加), 0.4, 0.7, 1.5, 2%Al をそれぞれ添加した片状黒鉛鑄鉄鑄物を作製して用いた。鑄物の一部は、酸化防止剤を塗布し、マッフル炉で 1000・60min 保持した後に油冷することでマルテンサイト変態を生じさせた上で使用した。加熱・冷却サイクル条件を表 2 に示す。一部の試験片は、雰囲気の変更のため、10×5×5mm の場合はマッフル炉を、3×3×3mm の場合は熱機械分析装置をそれぞれ使用した。試験片表面は鑄の見られない切断面とした。各試験片の加熱・冷却サイクル前及び 1~4 回後の寸法及び密度を測定した。寸法測定にはノギス(55×10mm の直径のみ)あるいはマイクロメータを用いた。また、密度測定にはアルキメデス法を用い、鑄防止のため置換液にはエタノールを使用した。

表 2 加熱・冷却サイクル条件

試験片	55×10mm	10×5×5mm	3×3×3mm
使用機材	マッフル炉	熱機械分析装置 (TMA)	示差熱・熱重量測定装置 (TG-DTA)
雰囲気	黒鉛粉末被覆	N ₂ フロー (100ml/min)	N ₂ フロー (50ml/min)
加熱・冷却速度	+13 /min・-3 /min		
最高温度・保持時間	1000・5min		
サイクル回数	4 回		

(3) 観察・分析・熱力学計算

断面の研磨面に対し、マイクロスコープ観察及び EPMA による元素マッピングを行った。また、市販のソフトウェア Thermo-Calc 及び鉄基合金データベース TCFE8 を用い、Fe-C 系複平衡状態図を構築した。

4. 研究成果

(1) 予備実験結果

加熱・冷却サイクル前寸法と寸法増加率及び寸法増加量の関係をそれぞれ図 1(a)及び(b)に示す。添加元素や等温保持条件の違いを区別しない場合の全体的な傾向としては、図 1(a)に示すように、サイクル前の寸法が小さいほど寸法増加率が大きかった。一方、寸法増加量に関しては、図 1(b)に示すように、サイクル前の寸法との関連性は見られず、このことが寸法増加率に関する傾向の原因であると判断できる。次に、添加元素と高さに関する寸法増加量の関係を

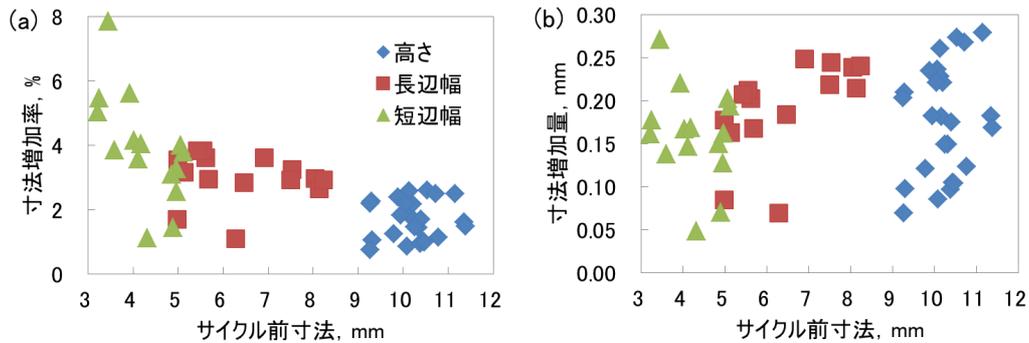


図 1 加熱・冷却サイクル前寸法と(a)寸法増加率及び(b)寸法増加量の関係

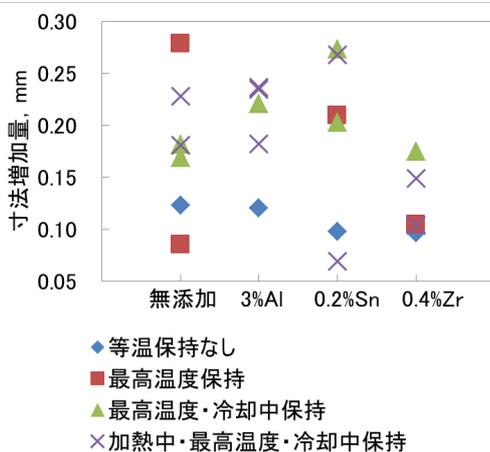


図 2 添加元素と寸法増加量の関係

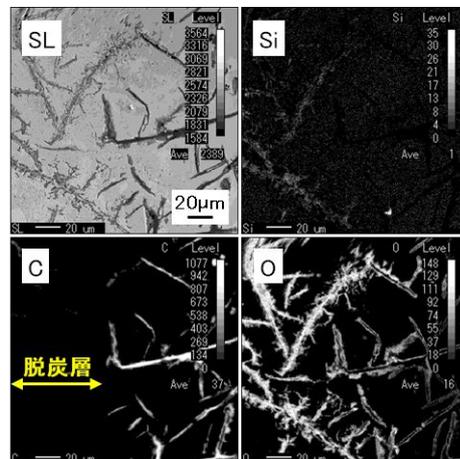


図 3 表面近傍の元素マッピング (3%Al, 最高温度・冷却中保持)

図2に示す．添加元素の違いに関する明確な傾向は見られなかったが，図2に示すように，等温保持を行わなかった場合の寸法増加量はやや小さい傾向が見られた．サイクル後の表面近傍の元素マッピング及びミクロ組織の例をそれぞれ図3及び図4に示す．表面近傍では，図3に示すように，表面から一定距離の領域で酸化及び脱炭が生じていた．また，図4に示すように，寸法増加量が大きい試験片ほど表面近傍の酸化や脱炭が顕著であった．

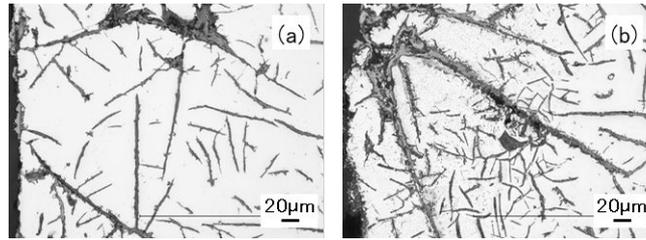


図4 表面近傍のミクロ組織 (3%Al, (a)等温保持なし, (b)最高温度・冷却中保持)

(2) 計算状態図

前述の予備実験とほぼ同等の組成は，過去の研究において同様の条件下で10回の加熱・冷却サイクルの実験が行われており，Al, Sn, Zrの添加により寸法増加量が増加することが示唆されている．このことに関して，無添加及び3%Alの場合のFe-C系複平衡状態図をそれぞれ図5(a)及び(b)に示す．特にAl添加により，図5に示すように，Fe-黒鉛系とFe-Fe₃C系の共析温度及び中の炭素固溶度の差の増加が見られ，このような条件下ではFe₃C系の共析変態が生じづらいことから，黒鉛化の促進が期待できる．

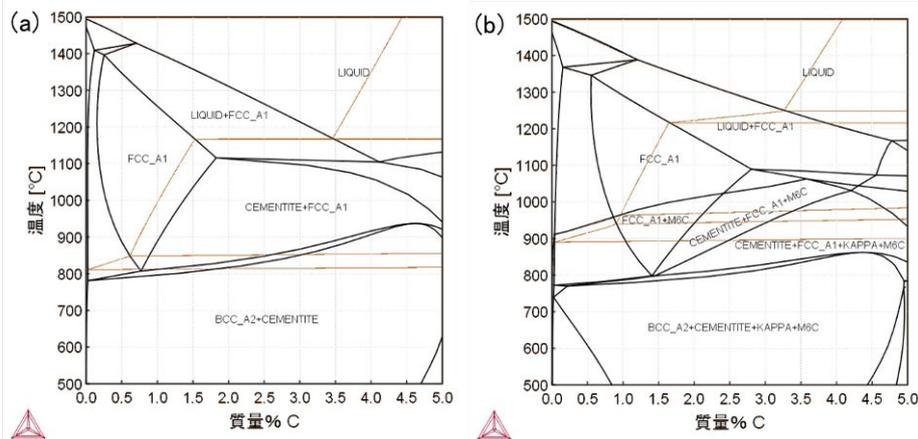


図5 (a)無添加及び(b)3%AlにおけるFe-C系複平衡状態図

(3) Al添加の影響

0~2%Alにおける加熱・冷却サイクル回数と直径あるいは高さに関する寸法増加率の関係を図6に示す．55×10mmの試験片の寸法増加率は，図6に示すように，サイクル回数に対してほぼ直線的に増加していた．一方，10×5×5mmの場合のサイクル1回後の寸法増加率は55×10mmの場合よりも大きい傾向が見られた．これらのことから，試験片寸法が大きい場合は黒鉛不可逆移動が成長の主要因であるが，寸法が小さい場合は，主にサイクル1回目における表面

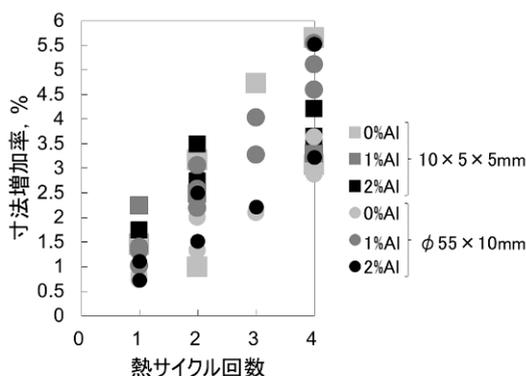


図6 加熱・冷却サイクル回数と寸法増加率の関係

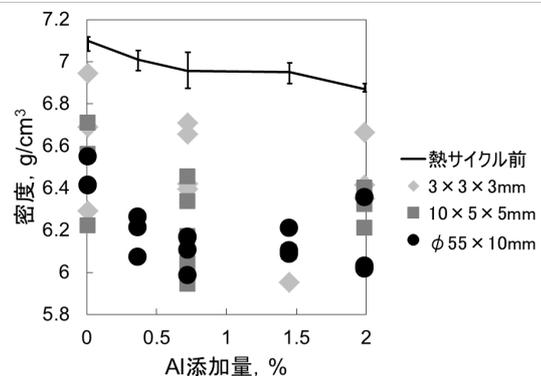


図7 加熱・冷却サイクル4回後のAl添加量と密度の関係

近傍の酸化膨張や、その後の脱炭の進行に伴う不可逆移動が可能な黒鉛量の減少の影響が大きかったことが推測される。次に、加熱・冷却サイクル 4 回後の Al 添加量と密度の関係を図 7 に示す。サイクル 4 回後の密度のばらつきは、図 7 に示すように、寸法の小さい試験片ほど大きかった。また、サイクル 4 回に伴う密度減少量は、特に 0.7%Al の場合にやや大きい傾向が見られた。一方、前述の計算状態図に基づく、サイクル時に固溶・再析出する黒鉛量は Al 添加量に応じて多少増加する傾向にあるが、サイクル後の密度は 0~0.7%Al では Al 添加量が多いほど小さく、0.7~2%Al ではほぼ同程度であった。ここで、加熱・冷却サイクル後の表面近傍及び中心部の元素マッピングの例をそれぞれ図 8(a)及び(b)に示す。サイクル中に試験片表面に生じた酸化スケールは、図 8(a)に示すように Al 添加量に関わらず Al はほとんど検出されず、酸化鉄であると判断できた。一方、Al 添加時には、図 8(b)に示すように、内部酸化に伴い Al_2O_3 が生成している様子が観察され、Al 添加量が多いほど Al_2O_3 生成量が多い傾向も見られた。したがって、特に 1.5~2%Al では、黒鉛の不可逆移動に伴う密度減少が Al_2O_3 の生成により抑制されていたことが推測される。

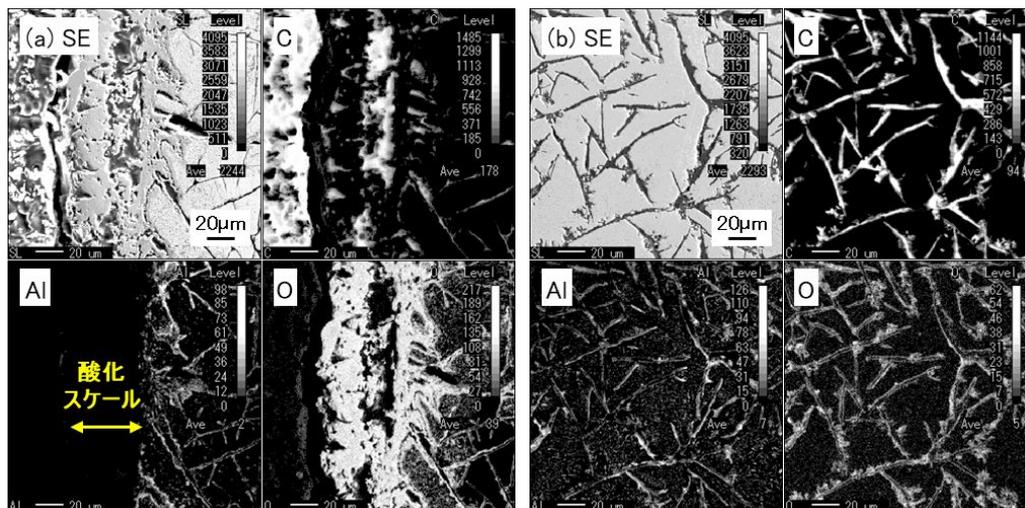


図 8 加熱・冷却サイクル 4 回後の(a)表面近傍及び(b)中心部の元素マッピング (2%Al, 10×5×5mm)

(4) マルテンサイト変態の効果

マルテンサイト変態を生じさせていない試験片に関しては、特に 3×3×3mm の場合には、雰囲気の違いが加熱・冷却サイクル 4 回後の密度に及ぼす影響が大きい傾向が見られた。また、この傾向は、0.7%Al の場合と比較して、0%Al の場合に顕著であった。一方、このような雰囲気の影響は、マルテンサイト変態を生じさせた試験片では、マルテンサイト変態を生じさせていない場合に比べ小さい傾向が見られた。このことから、マルテンサイト変態に伴うサイクル前の基地組織や黒鉛形態の均質化により、黒鉛不可逆移動及び酸化・脱炭が安定的に生じていたことが推測される。さらに、サイクル 4 回後の密度に及ぼす試験片寸法や雰囲気の影響のマルテンサイト変態による軽減効果は、0%Al の場合と比較して、0.7%Al の場合に顕著であった。これらの実験結果に関しては、今後、詳細な分析を進めていく予定である。

<引用文献>

國井 佑紀, 麻生 節夫, 後藤 育壮, 小松 芳成, 日本鑄造工学会第 167 回全国講演大会講演概要集, 2015, p. 20

5. 主な発表論文等

[学会発表](計 2 件)

R. Hosoya, H. Yamada, G. Egawa, I. Goto, S. Aso, K. Kurosawa, Effect of Aluminum Addition on Growth Behavior of Flake Graphite Cast Iron, Proceedings of the 7th Japan-Korea Conference for Young Foundry Engineers, 2018, p. 134

山田 浩正, 江川 元太, 後藤 育壮, 麻生 節夫, 飛島 明, 片状黒鉛鑄鉄の成長挙動に及ぼすアルミニウム添加の影響, 日本鑄造工学会第 171 回全国講演大会講演概要集, 2018, p. 57

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。