($\alpha + \gamma$) 域からオーステンパ処理した球状黒鉛鑄鉄の 疲労き裂進展特性[†]

杉山 好弘* 浅見 克敏* 黒岩 秀樹**

Fatigue Crack Propagation Characteristics of Ductile Cast Iron Austempered from ($\alpha + \gamma$) Phase Region

by

Yoshihiro SUGIYAMA*, Katsutoshi ASAMI* and Hideki KUROIWA**

In the case that the matrix-microstructure of ductile cast iron was changed into the single-phase of bainite by austempering it from γ phase region (full-austempering), the fatigue crack propagation resistance decreased considerably in the low ΔK region as compared with that of the as-cast material. In this paper, the effect of austempering from ($\alpha + \gamma$) phase region (partial-austempering) was investigated to improve the fatigue crack propagation resistance of ductile cast iron. Fatigue tests were carried out at a stress ratio, $R=0.1$.

The matrix-microstructure consisting of the dual-phase of ferrite and pearlite in the as-cast material was changed into the dual-phase of ferrite and bainite by partial-austempering, and the fatigue crack propagation resistance of the partial-austempered material was higher than that of the as-cast material in the entire ΔK region. The improvement of fatigue crack propagation resistance was due to the increase of crack closure which was induced by the roughness of the fracture surface and the formation of the oxide deposits. Furthermore, it was found that the static tensile properties might be improved by partial-austempering.

Key words : Ductile cast iron, Austempering, Dual-phase, Fatigue crack propagation, Crack closure

1 緒 言

近年、価格や軽量化の面から球状黒鉛鑄鉄の有用性が見直され、本材料は新素材として位置付けられている¹⁾。そして、本材料をオーステンパ処理すると鋼に匹敵する高強度化および高じん性化が可能²⁾と言われ、自動車関係の歯車やクランクシャフトなど多くの強度部材に使用され始めている²⁾。

一方、強度部材の特性としては疲労強度（疲労限度）が重要であり、オーステンパ処理した球状黒鉛鑄鉄（ADI）についてもこの方面の研究はある程度行なわれている^{3), 4)}。しかし、この種の材料は一般に鑄造欠陥を有している。したがって、強度部材への ADI の使用に際しては疲労強度以外に第 2 段階疲労き裂の進展特性を把握しておく必要があり、著者らは ADI の疲労き裂進展特性について検討を進めている⁵⁾。その結果、 γ 域からのオーステンパ処理（完全オーステンパ処理）により基組織をベイナイト単相にすると、基組織がフェライトとパーライトからなる鑄放し材に比べて静的強度は向上するものの、延性および低 ΔK

域の疲労き裂進展抵抗は著しく低下することが明らかとなった。

そこで本報では、($\alpha + \gamma$) 域からのオーステンパ処理（部分オーステンパ処理）によりパーライト部分のみをベイナイトにする二相強化熱処理について検討した。そして、鑄放し材やベイナイト単相材と比較することで、静的引張特性および疲労き裂進展特性に対する部分オーステンパ処理の有効性を明らかにした。

2 供 試 材

2・1 材料

供試材は Table I にその化学成分を示す球状黒鉛鑄鉄であり、後述の引張試験結果（Table III 参照）から JIS G 5502 の FCD60 に相当している。Fig. 1 に示す形状に鑄造した試験ブロックの中間部から ASTM 規格の 1CT 試験片（板厚 12.5 mm）を採取し

Table I. Chemical composition of material used (wt%).

Material	C	Si	Mn	P	S	Cu
FCD 60	3.77	2.55	0.66	0.024	0.014	0.24

† 原稿受理 平成 2 年 4 月 2 日 Received Apr. 2, 1990

* 正 会 員 武蔵工業大学 東京都世田谷区玉堤, Musashi Institute of Technology, Tamazutsumi, Setagaya-ku, Tokyo

** 学生会員 武蔵工業大学大学院 東京都世田谷区玉堤, Graduate Student, Musashi Institute of Technology, Tamazutsumi, Setagaya-ku, Tokyo

Fig. 1. Sampling position for fatigue test specimen.

Fig. 2. Microstructure of as-cast material.

た。また、同型の別のブロックより CT 試験片の疲労き裂進展部分と同じ位置から長手方向 (200 mm の方向) に JIS 14A 号引張試験片 (直径 8 mm, 標点距離 50 mm) を採取した。

試験片採取位置の代表的な金属組織を Fig. 2 に示す。黒鉛の周囲がフェライト、その外周がパーライトで囲まれた典型的なプルスアイ組織である。以後、これを

(a) Austempering from γ phase region (full austempering).

(b) Austempering from $(\alpha + \gamma)$ phase region (partial-austempering).

Fig. 3. Conditions of austempering.

鑄放し材 (図中記号: F+P) と称する。なお、黒鉛球状化率は 80~85% 程度であった。

2・2 熱処理

熱処理は、所定の試験片形状に機械加工後、Fig. 3 に示す条件で行った。すなわち、完全オーステンパ処理は γ 域である 900°C で 40 分間、そして部分オーステンパ処理は $(\alpha + \gamma)$ 域である 800°C で 30 分間保持し、その後 350°C、60 分間の恒温変態処理を行った。以後、これらを完全オーステンパ材 (図中記号: B) および部分オーステンパ材 (図中記号: F+B) と称する。

3 実験方法

3・1 硬さ試験

CT 試験片のき裂進展部分より採取した試料を鏡面仕上げし、基体組織各相の硬さを微小硬度計 (試験荷重 100 gf) で測定した。なお、基体組織が単相の場合はランダムに 7 点測定し、上下 2 点を除いた 5 点の算術平均からその硬さを求めた。基体組織が二相の場合は 0.1 mm 間隔に縦横それぞれ 10 点ずつ、計 100 点の測定を行い、その後 3% ナイタルによるエッチングによって各相を代表しているとみなされる 7 点を抽出し、上下の 2 点を除いた 5 点の算術平均から各相の硬さを求めた。

3・2 引張試験

引張試験はインストロン式万能試験機を用い、クロスヘッド速度 3 mm/min. で行った。特性値としては引張強さ、伸び、絞りのほかに、差動トランス式伸び計を用いてオフセット法による 0.2% 耐力も求めた。なお、各特性値は 3 本の試験片による結果の平均値である。

3・3 疲労試験

疲労試験は容量 ± 98 kN の MTS 社製電気油圧式サーボ疲労試験機を用い、正弦波の荷重制御により室温大気中で行った。応力比 R は 0.1、繰返し速度は主として 20 Hz で、最終破壊に近い高 ΔK 域のみ 5~10 Hz とした。き裂長さの測定はストロボスコープと移動式読み取り顕微鏡 (精度 0.01 mm) で行い、き裂長さが 0.5 mm 進展するのに要した繰返し数より進展速度を求めた。なお、下限限界値 ΔK_{th} を求める際の ΔK 漸減試験では、 ΔK 減少率 $C \leq -0.08 \text{ mm}^{-1}$ となるように配慮した。

き裂開口挙動は、背面ひずみ除荷弾性コンプライアンス法 (ゲージ長さ 2 mm) により、繰返し速度を 0.2 Hz に落として測定し、その結果から開口比 $U (= \Delta K_{eff} / \Delta K)$ を求めた。その際、コンプライアンス変化を精度よく測定するために引き算回路を使用した。

3・4 破面および断面観察

疲労試験後、走査型電子顕微鏡で試験片板厚中央

Fig. 4. Observation method of fracture surface and sectional microstructure.

付近の $0.15\text{ mm} \times 0.15\text{ mm}$ の破面を観察倍率 $\times 1000$ で写真撮影し、この写真より破面様相の百分率を求めた。その計測方法は、写真上に交点が 100 個ある基盤目状のシートをのせ、各交点の破面様相を識別することにより行った。なお、交点に黒鉛粒が位置する場合は黒鉛粒を空孔とみなし、百分率から除外した。

ΔK 漸減試験を行った試験片については、Fig. 4 のようにき裂進展部分を切り出し、走査型電子顕微鏡でき裂断面の観察を行った。また、切り出し後の試験片残部は液体窒素を用いて冷却し、リガメント部分を強制破壊させてその疲労破面を上述と同様に観察した。

4 実験結果および考察

4・1 組織、硬さおよび静的引張特性

熱処理後の金属組織を Fig. 5 に、そして各相の硬さ測定の結果を鑄放し材と併せて Table II に示す。Fig. 5 (a) の完全オーステンパ材は一部残留オーステナイトがあるもののほぼベイナイトの単相組織とみなせ、その硬さは鑄放し材のフェライトやパーライトに比べて著しく向上している。一方、Fig. 5 (b) の部分オーステンパ材は鑄放し材 (Fig. 2 参照) に比べてフェライトの割合が多くなっており、またパーライトの部分がベイナイトに変わっている。部分オーステンパ材のフェライトの硬さは鑄放し材のそれとほとんど変わらない。しかし、ベイナイトの硬さはパーライトよりも約 1.25 倍高く、鑄放し材に比べてより強度差 (硬度差) のある二相組織となっている。なお、ベイナイトの硬さは完全オーステンパ材より部分オーステンパ材のほうがかなり低い。これは、オーステナイト化温度の高低によって、オーステナイトの飽和炭素量が異なることを反映したものと思われる。

(a) Full-austempered material.

(b) Partial-austempered material.

Fig. 5. Microstructures of austempered materials.

各材の静的引張特性を Table III に示す。完全オーステンパ材の静的強度は鑄放し材よりも著しく向上している。その半面、伸びおよび絞り小さく、従来報告されている完全オーステンパ材に比べて延性の低下が著しい。これは、本研究で使用した供試材の鑄込み寸法 (Fig. 1 参照) が大きいために凝固速度が遅く、かつ Mn の含有量も多い (Table I 参照) ために共晶セル境界部に Mn の偏析がより多く生じたためと考え

Table II. Hardness of each phase in microstructures.

Material	Condition		Vickers hardness (HV)		
			Ferrite	Pearlite	Bainite
FCD 60	As cast	F+P	205	317	—
	Austempered from γ region	B	—	—	498
	Austempered from $\alpha + \gamma$ region	F+B	208	—	353

Table III. Tensile properties of as-cast material and austempered materials.

Material	Condition		$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_b (MPa)	δ (%)	φ (%)
FCD 60	As cast	F+P	396	637	3.5	2.2
	Austempered from γ region	B	853	1093	0.9	5.8
	Austempered from $\alpha + \gamma$ region	F+B	390	655	7.0	10.0

られる。一方、部分オーステンパ材の静的強度は鑄放し材と同程度である。しかし、上述したようにフェライトの割合は鑄放し材よりも多く、この面からみると静的強度は向上しているとも言える。そして、伸びと絞りも鑄放し材よりも改善されている。部分オーステンパ処理によるこのような強度と延性の改善は、パーライト部分がパーライトよりも強度と延性に優れたベイナイトに変わったためと考えられる。特に延性の面では、オーステナイト化温度が低いために飽和炭素量も少なく、部分オーステンパ材のベイナイト自体大きな延性を持つことが寄与しているものと推察される。したがって、部分オーステンパ処理条件によっては、さらに静的強度と延性の両面に優れた材料が得られる可能性がある。

4・2 疲労き裂進展特性

Fig. 6 に各材の da/dN - ΔK 曲線を示す。完全オーステンパ材では、 ΔK が約 20 MPa $\sqrt{m}$ 以上の中から高 ΔK 域で鑄放し材よりも進展速度は遅く、完全オーステンパ処理の効果が若干認められる。しかし、 ΔK が 20 MPa $\sqrt{m}$ 以下の低 ΔK 域では逆に完全オーステンパ材の進展速度は鑄放し材よりもかなり速く

Fig. 6. da/dN - ΔK curves.

なる。そして、下限界値 ΔK_{th} も鑄放し材の約 10.8 MPa $\sqrt{m}$ に対して完全オーステンパ材は約 5.3 MPa $\sqrt{m}$ と低く、前報と同様、実用上重要な低 ΔK 域の疲労き裂進展抵抗は完全オーステンパ処理によって著しく劣化する。一方、部分オーステンパ材の進展速度はほぼ全 ΔK 域で鑄放し材よりも遅くなっている。特に低 ΔK 域でその傾向が著しく、 ΔK_{th} は約 15.5 MPa $\sqrt{m}$ と鑄放し材に比べて 50% 近くも改善される。このように部分オーステンパ材の進展抵抗は全 ΔK 域で鑄放し材より優れており、部分オーステンパ処理による球状黒鉛鑄鉄の疲労き裂進展抵抗の改善は十分可能と言える。

一般に第 2 段階の疲労き裂進展特性にはき裂閉口現象が強く関与している。したがって、各材の疲労き裂進展速度に差が生じた主要因は、基地組織によってき裂閉口の程度に差があるためと思われる。そこで、開口比 U と ΔK の関係をみたのが Fig. 7 である。部分オーステンパ材および鑄放し材では、ある ΔK 値以下になると U 値は急速に小さくなり、顕著なき裂閉口を示す。一方、完全オーステンパ材の U 値は ΔK_{th} の手前でわずかに低下する程度であり、前二者に比べてき裂閉口は少ない。 U 値が低下し始める ΔK 値は部分オーステンパ材が最も高く、その後のき裂閉口もより顕著である。なお、部分オーステンパ材では ΔK_{th} の手前で U 値が一定となる領域が存在している。

各材のき裂進展速度 da/dN を有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} ($=U \cdot \Delta K$) で整理し直したのが Fig. 8 である。Fig. 8 から明らかなように、進展速度の違いはほとんどみられなくなり、き裂閉口の程度が各材の進展速度に差をもたらしたと言える。

Fig. 7. U - ΔK curves.

Fig. 8. da/dN - ΔK_{eff} curves.

各材でき裂閉口に差が生じる要因、特に低 ΔK 域においてそれが顕著に生じる要因を明らかにするため、破面観察を行った。Fig. 9 に両オーステンパ材の低 ΔK 域における破面観察例を示す。Fig. 9(a) の部分オーステンパ材では図中の矢印で示すように破面フレッチングによる付着物（主として酸化物）が観察される。そ

(a) Partial-austempered material.

(b) Full-austempered material.

Fig. 9. Fractographs at low ΔK region in austempered materials.

Fig. 10. Relationship between area percentage of fretting deposits and ΔK .

して、それは特に黒鉛の周囲、すなわち硬さが低いために破面フレッチングの生じやすいフェライト部分で島状に生成している。図は省略するが、鑄放し材でも同様であった。一方、Fig. 9(b) の完全オーステンパ材ではそのような付着物はわずかしき見られず、完全オーステンパ材では基体組織全体が硬さの大きなベイナイト単相であるために破面フレッチングが生じにくかったものと思われる。

Fig. 10 に破面に占める付着物の百分率と ΔK の関係を示す。付着物が観察され始める ΔK 値は部分オーステンパ材が最も高く、各材とも ΔK の低下とともにその百分率は増している。また、部分オーステンパ材では ΔK_m の手前で一度その生成が停滞するなど、傾向的には Fig. 7 の U - ΔK 曲線とよく対応している。したがって、中から低 ΔK 域におけるき裂閉口は酸化物誘起き裂閉口に強く支配されていると判断され、特に部分オーステンパ材でその傾向は著しいと言える。

しかし、Fig. 7 と Fig. 10 を詳細に比較すると、部分オーステンパ材や鑄放し材では付着物が観察され始める ΔK 値よりも高い ΔK 値から U 値は低下し始めており、一見両者の間には対応がないようにも思われる。そこで、部分オーステンパ材についてその付近の破面を観察してみたのが Fig. 11 である。図中の矢印で

Fig. 11. Fractograph at high ΔK region in partial austempered material. Arrow indicates the trace of fracture surface fretting.

Fig. 12. Cross sectional microstructure near the crack at low ΔK region in partial-austempered material.

示すように、上下破面の接触したこん跡が局所的に見られ、破面粗さ誘起き裂閉口が生じていることがわかる。このことは鑄放し材においても同様であった（図省略）。すなわち、部分オーステンパ材や鑄放し材における高 ΔK 値からの U 値の低下は、破面粗さ誘起き裂閉口によるものと判断される。そして、このような破面接触は酸化物の生成を助長し、そのために低 ΔK 域において著しい酸化物誘起き裂閉口が生じたものと理解される。一方、完全オーステンパ材では、Fig. 7 と Fig. 10 からわかるように、 U 値が急速に低下し始める ΔK 値と付着物が観察され始める ΔK 値はほぼ対応している。また、高 ΔK 域において破面接触のこん跡も観察されなかった。したがって、完全オーステンパ材の高 ΔK 域では破面粗さ誘起き裂閉口は生じにくいと言える。

一般に、破面接触は破面粗さが大きいほど顕著に生じることから、各材の破面粗さの程度を比較するためにき裂の断面観察を行った。Fig. 12 に部分オーステンパ材の例を示す。き裂はフェライト粒界やフェライトとベイナイトの境界等でその進展方向を変え、そのような箇所においてはき裂の分岐がみとめられるなどかなりジグザグに進展している。また、黒鉛周辺のフェライト部分を進展しているき裂にはより多くの付着物が認められ、鑄放し材でも同様であった。それに対し、図は省略するが、完全オーステンパ材のき裂は直線的に進展していた。

破面および断面観察に基づき、各材のき裂進展経路と金属組織の関係を模式化すると Fig. 13 のようになる。Fig. 13 (a) の部分オーステンパ材や鑄放し材ではジグザグなき裂進展をし、特に黒鉛周辺のフェライト部分でその傾向は著しく、また付着物の生成もそのようなフェライト部分で多い。したがって、部分オーステンパ材や鑄放し材では、基地組織が二相であるためにき裂がジグザグに進展し、そのために高 ΔK 域から破面粗さ誘起き裂閉口が生じ、その破面粗さ誘起き裂閉口を引き金とした酸化物誘起き裂閉口も付着物の発生が容易なフェライトが混在するために生じやす

(a) Partial-austempered material or as-cast material.

(b) Full-austempered material.

■ Spheroidal graphite ▨ Fretting deposit
▤ Pearlite or Bainite □ Ferrite

Fig. 13. Schematic illustrations of cross sectional microstructures near cracks in austempered materials.

かったと考えられる。このようなき裂閉口の生成程度は二相間の強度差（硬度差）や混合割合などによって異なり、本実験では部分オーステンパ材のほうがき裂閉口が生じやすい条件をより多く満たしていたために鑄放し材よりも疲労き裂進展抵抗が大きくなったものと理解される。なお、現在のところその要因は明らかでないが、 ΔK_{th} の手前で破面フレッチングによる付着物の生成が停滞しなければ、本処理により球状黒鉛鑄鉄の疲労き裂進展抵抗はさらに改善できる可能性がある。

一方、Fig. 13 (b) に示すように基地組織がち密なベイナイト単相からなる完全オーステンパ材では、き裂はベイナイト組織を切るように直線的に進展し、破面粗さは部分オーステンパ材や鑄放し材に比べて小さい。そのために破面接触のこん跡がほとんど見られず、またベイナイトの硬さが大きいために破面フレッチングによる付着物の発生も少ない。すなわち、完全オーステンパ材は破面粗さ誘起き裂閉口も酸化物誘起き裂閉口も生じにくく、疲労き裂進展特性の面から見ると完全オーステンパ処理は必ずしも有効でない。

以上のことから、部分オーステンパ処理は球状黒鉛鑄鉄の疲労き裂進展抵抗の改善に有効であり、これは基地組織がフェライトとベイナイトといった強度差（硬度差）のある二相組織になるために破面接触および破面フレッチングによるき裂閉口がより高い ΔK 域から生ずることによると結論される。そして、本処理は前節でも述べたように静的引張特性をも改善でき

る可能性があり、その実用的価値は注目に値する。

5 結 言

鑄放し状態で基体組織がフェライトとパーライトからなる球状黒鉛鑄鉄 (FCD60 相当材) に (α+γ) 域からのオーステンパ処理 (部分オーステンパ処理) を試み、パーライト部分をベイナイトにする熱処理方法の有効性について検討した。その結果、以下の結論を得た。

(1) (α+γ) 域の 800°C からオーステンパ処理すると、フェライトの割合が多くなると共にパーライトがベイナイトに変態し、鑄放し材よりも強度差 (硬度差) のあるフェライトとベイナイトの二相組織を得ることができる。

(2) このような部分オーステンパ処理により、静的強度と延性を同時に改善できる可能性があり、これはパーライト部分が強度と延性の両面で優れたベイナイトになることによる。

(3) 部分オーステンパ処理により疲労き裂進展抵抗はほぼ全 ΔK 域で鑄放し材よりも向上し、本処理によって球状黒鉛鑄鉄の疲労き裂進展抵抗は改善できる。

(4) 部分オーステンパ処理による疲労き裂進展抵抗

の改善は、より高い ΔK 域から破面接触および破面フレッチングによるき裂閉口が顕著に生ずるためである。これは、き裂が強度差 (硬度差) のある二相間で進展方向を変えるために破面粗さが大きくなることと、破面フレッチングによる付着物の発生が容易な軟いフェライトが混在することに起因する。

(平成元年 5 月 23 日 日本材料学会第 38 期学術講演会にて一部講演)

参 考 文 献

- 1) 例えば, D. B. Wolters, 高橋良治訳, “鑄鍛造と熱処理”, **11**, 17 (1988).
- 2) 例えば, 滝田光晴, 上田徹完, 熱処理, **27**, 310 (1987).
- 3) 杉本繁利, 水野慎也, 鑄物, **59**, 164 (1987).
- 4) 古郷佐八郎, 萩野春之助, 中川 隆, 小林正孝, 浅見克敏, 材料, **33**, 1499 (1984).
- 5) 例えば, 石原安興, 鑄物, **58**, 823 (1986).
- 6) 杉山好弘, 浅見克敏, 黒岩秀樹, 材料, **38**, 507 (1989).
- 7) 小林英男, 日本機械学会論文集, A-49, 771 (1983).
- 8) S. Suresh, C. F. Zamiski, R. O. Ritchie, Metall. Trans., **12A**, 1435 (1981).
- 9) 杉山好弘, 伊藤禎勇, 浅見克敏, 山田 聡, 材料, **37**, 776 (1988).

書 評

“表面物性入門”

塚 田 捷 (著)

(1989年, 財団法人東京大学出版会発行, A 5 判, 195ページ, 2500円)

従来は、物質を一様なバルクとしてとらえることが多かったが、一様性が破れた表面あるいは界面では、バルクとは異なった特性が現れることがある。最近、物質表面および界面の特性に対する関心が高まりつつあるのはこのためである。表面科学の応用範囲は非常に広く、固体物理、分子科学、電子工学、電気化学、触媒化学、材料工学、半導体工学などの分野において、表面あるいは界面が主導的な役割を果たす問題が活発に取り扱われてきている。表面に特有な現象は、表面の数原子層の領域の性質によって決まっており、その理解には、表面の物性に対するミクロ・スケールの取扱いが必要となる。

本書では、境界領域にある表面物理・物性の基礎が、理論面を中心に展開されている。まず、表面における電子状態の量子力学的基礎が述べられるとともに、表面電子状態を調べるための実験手法が、理論的基礎のもとに説明されている。また、表面に特有な構造についても、理論的側面とともに実験的測定法が説明されている。この説明には、最近クローズアップされている走査トンネル顕微鏡や電界イオン顕微鏡なども含まれている。さらに、最近研究の進展が著しく、また重要性が高い、各種吸着現象ならびに表面における原子の動的プロセスの説明が行われている。

このように本書では、理論的ベースのもとに表面物性が系統的に論じられている。本書は、急進展しつつある表面科学に対してひとつの指針を与え、上記の種々の分野において表面科学に携わる研究者や学生の手引となるものと思われる。

(大阪大学工学部 久保 司郎)