HIP 処理による FDI 材の高サイクル疲労強度の向上*

久保田 祐信^{*1}, 越 智 保 雄^{*2}
石 井 明^{*2}, 服 部 高 志^{*3}Improvement of High Cycle Fatigue Strength by
Hot Isostatic Pressing on Ferritic Ductile Cast IronMasanobu KUBOTA, Yasuo OCHI,
Akira ISHII and Takasi HATTORI

Cast defects such as microshrinkage reduce the for fatigue strength and reliabilty of ductile cast iron even though full attention is given for production of the test piece, and so HIP (hot isostatic pressing) is applied to FDI (ferritic ductile cast iron) in order to reduce microshrinkage. After that, rotating bending fatigue tests were carried out. HIP did not change the properties of graphite grains such as mean diameter, nodularity and nodule count. However microshrinkage in the HIP-FDI was completely suppressed. The reduction effect of cast defects by HIP treatment was shown by density measurement and the mesults of close observations of the fracture surface and the crack initiation site. The fatigue strength was improved at the whole region of fatigue life and the fatigue limit was about 1.32 times that of the material subjected to heat treatment with HIP.

Key Words: High Cycle Fatigue Strength, Hot Isostatic Pressing, Ferritic Ductile Cast Iron, Microshrinkage, Spheroidal Graphite, Statistics of Extremes

1. 緒 言

球状黒鉛鑄鉄(以下 DI 材)は高強度, 高靱性, 優れた鑄造性や耐摩耗性などの特長から, 近年機械構造部材としての使用が増大しつつある⁽¹⁾⁽²⁾。用途が拡大するにつれてより高性能な材料が求められ, 疲労強度特性や疲労信頼性に対しての要求も厳しくなっている。

一方で DI 材の疲労特性に関しては多くの報告があり, 黒鉛性状, 微小な引け巣, 基地組織などが影響を及ぼしていることが明らかにされている^{(1)~(3)}。これらの内で特に鑄造材料特有の欠陥である微小な引け巣を避けることは難しく, 良好な疲労特性を得るために Y ブロックの下部から試験片を採取することがなされても, 依然として微小引け巣が疲労き裂の発生起点として作用して疲労特性に影響を及ぼしている場合が多い。したがって微小引け巣を取り除くことができれば, 疲労特性の向上に対して効果のあることが期待される。著者らは前報⁽⁴⁾で鑄造アルミニウム合金に対して HIP(hot isostatic pressing, 熱間等方加圧)処理

を施し, 鑄造欠陥を減少させることによって大幅な疲労強度の向上を得た。しかしながら DI 材においては微小引け巣のほかに黒鉛も疲労き裂の発生起点となることや HIP 処理の過程で基地組織や黒鉛に影響が及ぼされることなど, HIP 処理の効果は知られていなかった。

そこで本研究では HIP 処理の応用を試みたフェライト基地 DI 材を供試材として高サイクル疲労試験を実施した。そして, 疲労強度の向上を供試材の静的強度, 密度, 黒鉛性状, 疲労き裂の発生起点の観察のそれぞれに関連させて検討した。微小引け巣の減少は密度と疲労き裂の発生起点の観察から明らかにされた。また HIP 材の起点であった黒鉛の寸法に注目し, 表面で観察される黒鉛の寸法との関連を検討した。

2. 実 験 方 法

2.1 供試材 供試材は HIP 処理を加えたフェライト基地球状黒鉛鑄鉄(FDI)である。HIP 処理は同時昇温昇圧形で 1 323 K, 147 MPa に 4 時間保持する条件で行い, その後は炉冷した。圧力媒体には Ar ガスを用いた。比較材として用いた供試材は, HIP 処理の高温による組織への影響を考慮して HIP 処理と同じ温度に加熱・保持した FDI 材である。以下これら

* 原稿受付 1996 年 3 月 14 日。

^{*1} 正員, 電気通信大学大学院 [現: 九州大学工学部 (〒812 福岡市東区箱崎 6-10-1)]。^{*2} 正員, 電気通信大学 (〒181 調布市調布ヶ丘 1-5-1)。^{*3} 日立金属(株)素材研究所 (〒321-43 真岡市鬼怒ヶ丘 11)。

を HIP 材, H 材と称する。また従来の FDI 材との比較は, 著者らの一部が以前に研究をした鑄造しの FDI 材のデータ^{(5)~(7)}を使用して行った。この材料を 89 FDI 材と称する。表 1 にそれらの化学成分, 表 2 に素材メーカ添付の静的特性を示した。また機械的性質の差を確認するために測定した供試材の静的強度を反映する基底組織のビッカース硬さも同表に示した。ビッカース硬さは HIP 材と H 材はほとんど同じ値となっているが, これらの供試材は 89 FDI 材より明らかに低い。HIP 材, H 材と 89 FDI 材の供試時期が異なるということのほかに, HIP 材と H 材は炉冷であり焼なましされていることがその理由である。

フェライトの平均粒径と黒鉛性状は, 組織を顕微鏡と CCD カメラを介して画像処理装置に入力して測定した。黒鉛性状の測定は約 $580 \times 540 \mu\text{m}$ の顕微鏡視野 20 面に対して行い, おおのこの値を算出する際には直径 $10 \mu\text{m}$ 以下の黒鉛はカットオフした。なお観察に供した試料の作成にあたりラッピングおよびバフ研磨の時間と荷重, 砥石の速度を制御し研磨量を同一にしている。

Table 1 Chemical compositions [wt.%]

	C	Si	Mn	P	S	Mg
HIP	3.73	2.16	0.16	0.017	0.015	0.037
H						
89FDI	3.76	2.21	0.19	0.017	0.016	0.038

Table 2 Mechanical properties

	$\sigma_{0.2}$ [MPa]	σ_B [MPa]	ϵ_f [%]	H_V (ferrite)
HIP	215	385	26.9	129 ± 9.49
H	211	377	28.8	132 ± 8.29
89FDI	260	396	25.1	149 ± 6.48

(a) Rotating bending fatigue test specimen

(b) Use of pieces

Fig. 1 Specimen configuration

2.2 密度の測定 微小引け巣の除去の程度を知るために, 引け巣が空けき状の欠陥であることから HIP 材と H 材の密度を測定した。高精度の分析天秤 (ザルトリウス MC 1 RC 210 P, 最小測定量 0.01 mg) によって測定した試料の重さと液体 (フタル酸ジエチル, 不揮発性) 中で受ける浮力から求めた体積によって密度を計算した。試料は破断後の疲労試験片から SEM 観察用に破面を取り除いた部分, すなわちき裂の発生する位置にできるだけ近い部分を全面鏡面仕上げにして用いた。採取位置と形状を図 1 に示した。

2.3 疲労試験 疲労試験は小野式回転曲げ疲労試験機 (約 3000 cpm) を用いて, 室温・大気中で行った。試験片は図 1 に示した中実丸棒形状で, き裂発生部となる試験片中央の浅い環状切込み (応力集中係数 $K_t \approx 1.04$) はバフ研磨で鏡面状に仕上げられている。

表面き裂レプリカ法によって連続的に観察し, その進展挙動を得るとともに起点を特定するために用いた。疲労き裂の発生起点は SEM によって観察した。なお, 試験機と試験片形状は今回の供試材と 89 FDI 材でまったく同一である。

3. 実験結果および検討・考察

3.1 供試材の黒鉛性状 供試材の顕微鏡組織を図 2 に示した。HIP 材と H 材の基底は 100% フェライトであった。表 3 に組織特性としてフェライト粒

(a) HIP material

(b) H material

(c) 89FDI material

Fig. 2 Microstructures

径, 黒鉛性状を示した。89 FDI 材でわずかに粒径が大きく粒数が少ないが, これは供試時期が異なるためである。もともと同一鑄造材料である HIP 材と H 材はほとんど同一の値を示していた。HIP 処理および熱処理の温度は基地がオーステナイト化する温度であり, C 原子の拡散や Fe 原子の移動があることが考えられる。また後述するが微小引け巣は HIP 材ではほぼ完全に除去され, H 材では残っているという違いがあるにもかかわらず, 熱処理あるいは HIP 処理を終えた段階では両材の黒鉛性状はほとんど同一のものであった。H 材に関して, 黒鉛→オーステナイト中への黒鉛の拡散は一方通行に近い⁽⁹⁾が, 図 2 では黒鉛-フェライト界面には空げきが生じている様子は観察されない。SEM による破面観察結果でも, H 材にのみ空げきが目立つような様子はみられなかった。

3・2 HIP 材の密度測定結果 密度の測定結果を表 4 に示したが, HIP 材は約 1.38% 高密度化されて

Table 3 Average ferrite grain size and geometrical properties of graphite grain

	D [μm]	d_{SG} [μm]	n_g [1/mm ²]	h_g [%]	f_g [%]
HIP	15.9	23.7	264	87.7	13.4
H	19.4	23.8	270	88.1	13.9
89FDI	23.0	24.7	255	86.5	13.6

D : mean size of ferrite grain

d_{SG} : mean diameter of graphite grain

n_g : nodule count in a unit area

h_g : nodularity

f_g : area fraction of graphite

Table 4 Density of HIP material

	Density [g/cm ³]
HIP	7.1109 ± 0.0009
H	7.0138 ± 0.0040

Fig. 3 S-N curves

いた。測定値のばらつきは変化の現れたけたよりも 2 けたも小さいので両材には有意な差があると言える。HIP 材と H 材の組織は 100% フェライトといってもフェライト中の C% が平衡濃度に達しているとは限らず, 同一であるとはいえない。しかしながら, 密度の変位により強く影響を及ぼすと思われる黒鉛の大きさや個数などに関して相違が見られなかったことから, 密度の差の第一要因は微小引け巣の減少によるものと考えられる。

3・3 疲労試験結果 図 3 に S-N 曲線を示した。HIP 材は H 材に比べ疲労寿命の全域で疲労強度が大幅に向上していることがわかる。両材の傾斜部のこう配はほぼ等しい。疲労限の値は HIP 材 253 MPa, H 材 192 MPa が得られ, 両者の比 $\sigma_{w,HIP}/\sigma_{w,H}$ は 1.32 である。FDI 材の疲労限度を他の文献(1)(5)(9)~(11)から参照すると, およそ 200~240 MPa, σ_w/σ_B では 0.44~0.60 程度の値であるから, HIP 材に関するこれらの値 ($\sigma_w/\sigma_B=0.657$) は良好であると言える。

このように HIP 材は優れた疲労強度を示しているが, 89 FDI 材と比較すると改善の度合いは H 材と比べた場合よりも小さい(89 FDI 材に関して $\sigma_w=235$ MPa, $\sigma_{w,HIP}/\sigma_{w,89FDI}=1.08$)。鑄放し材と比較して, HIP 材と H 材の静的強度は表 2 のとおりやや低い, これは HIP 材が処理過程から炉冷となっており H 材も同様炉冷としているためと考えられる。このような機械的性質の差が影響していることも考えられるので

(a) Surface aspect ($N/N_f=0.044$)

(b) Fracture surface observed by SEM

Fig. 4 Crack initiation site of HIP material (graphite grain, $\sigma_a=290$ MPa, $N_f=4.59 \times 10^5$)

引張強さによって疲労限を除いた値 σ_w/σ_B で比較したが、HIP 材 0.657, H 材 0.509, 89 FDI 材 0.593 となり疲労限度で比較した場合の差はなくなる。したがって疲労き裂の発生起点の面から検討する必要があるため、3・4 節で検討した。

3・4 疲労き裂の発生起点性状と疲労強度の関係

HIP 材と H 材の疲労き裂の発生起点を比較した結果、HIP 処理による微小引け巣減少の効果を具体的に見ることができた。HIP 材の起点を表面き裂発生の様相とともに図 4 に示した。表面き裂はほとんどの場合表面の黒鉛から発生した。起点の特定されたすべての試験片において起点近傍の破面に引け巣は観察されず、黒鉛が起点となっていた。

一方、H 材の起点を図 5 に示した。H 材の場合表面き裂は黒鉛からではなく基地中に発生し、その部分の破面には微小引け巣が存在した。主き裂の起点はすべてが微小引け巣であった。黒鉛が起点となる場合が観察されなかったということは、内含される微小引け巣の大きさが黒鉛に比べて十分に大きかったことを意味し、HIP 材では微小引け巣の大きさが疲労強度に影響を与えない程度にまで減少されていることを裏付けている。89 FDI 材の起点はほとんどすべてが微小引け巣であったことがわかっている⁽⁵⁾。

以上から HIP 材では微小引け巣が疲労強度に影響を与えない程度にまで減少されていることは明らかであるが、両材で疲労試験片の最終破断部を含む破面全

体を詳細に観察して微小引け巣の有無を調べた。H 材の観察例を図 6 に示したが、起点となったものの以外にもさまざまな大きさの微小引け巣が多数観察された。これに対して HIP 材では破面の部位にかかわらず観察された微小引け巣はまったくなく、ほとんど完全になくなってしまったものと考えられる。なお HIP 材の破面上で、HIP 処理以前に微小引け巣が存在したと思われるような部分の判別もできなかった。

それぞれの供試材の疲労き裂の発生起点の寸法を破面上で求め、疲労強度との関連を検討した。HIP 材の場合、起点となった黒鉛の大きさは、疲労強度の向上の程度から処理以前に含まれていた微小引け巣の大きさよりも小さいことが予想される。それぞれの供試材の起点寸法を、破面上で求めた起点の面積の平方根 $\sqrt{\text{area}}$ の 10 μm ごとの階級と相対頻度で図 7 に示した。HIP 材の起点寸法は H 材、89 FDI 材と比較して小さい範囲にあることがわかる。それぞれの平均値は HIP 材 56.01, H 材 107, 89 FDI 材 98.9 μm であり、起点が微小引け巣から黒鉛に変わることによって半分近くにまで小さくなっていた。また平均値の順は S-N 曲線における疲労強度の順と一致し、定量的ではないが供試材間の疲労強度の差を説明できる。球状黒鉛鋳鉄の

(a) Surface aspect ($N/N_f=0.29$)

(b) Fracture surface observed by SEM

Fig. 5 Crack initiation site of H material (microshrinkage, $\sigma_a=310\text{ MPa}$, $N_f=6.86 \times 10^4$)

Fig. 6 Example of microshrinkage on fracture surface ($\sigma_a=199\text{ MPa}$, $N_f=3.2 \times 10^6$)

Fig. 7 Size of crack initiation site

疲労強度に関しては、黒鉛の弾性効果⁽¹²⁾の影響なども考えられる。しかしながら、本研究で起点となった黒鉛はほとんどが表面に露出しており、基地と比較して強度の弱い黒鉛の荷重負担は無視できる程度と考えられる。

本供試材間では起点寸法だけでなく静的強度も異なっている。そこでこれらの両方を含む村上らの提案した高強度鋼の疲労限予測式⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾

$$\sigma_w \approx 1.43(H_v + 120)/(\sqrt{\text{area}})^{1/6} \dots\dots\dots (1)$$

を用いて比較すると HIP 材、89 FDI 材、H 材のそれぞれで 185、180、166 MPa が得られた。村上らの場合と供試材、起点形状や寸法などの違いからこの式が適用されるかどうか検討しなければならず計算された値をそのまま信頼することはできないが、HIP 材と 89 FDI 材の差に比べ HIP 材と H 材の差のほうが大きいという傾向がよく現れている。

さて HIP 材において黒鉛はすべての試験片で起点となっていたことから疲労強度特性に強く影響を及ぼしていると考えられる。そこでどのような大きさの黒鉛が主き裂の発生に関与しているか具体的に示すことで、HIP 材の疲労強度特性の改善をさらに進めることができるものと考えられる。図 8 に表面で測定した黒鉛粒径を 5 μm ごとの粒径と相対頻度で示した。同時に HIP 材の起点として認定された黒鉛の大きさの分布も示した。起点には任意に観察した表面ではほとんど見られない大きな黒鉛が多く含まれており、試料中最大の黒鉛に注目しなければならない。一方、表面の観察における黒鉛の最大値の階級は起点に含まれる黒鉛の最大値にも一致しており、表面の観察から起点の最大寸法を推定できると考えられる。

表面での黒鉛の観察は顕微鏡の視野を単位に行ったので、視野ごとの最大の黒鉛を抽出し、極値統計が供

Fig. 8 Distribution of graphite grain size

試材中に含まれる黒鉛の最大値の推定に利用できる。そこで、各視野ごとの黒鉛寸法の最大値を図 9 に○印で示した。被測定面積と実際に測定した面積の比から再帰期間を求め、直線近似した分布との交点が推定値となり、 $d_{\max} = 80.5 \mu\text{m}$ が得られた。起点部の黒鉛寸法を、図 8 と同じように表面の黒鉛寸法と比較するために図 9 の極値確率紙上に□印で示した。ただし、このプロットに統計上の意味はない。起点に含まれる黒鉛の累積頻度分布では、推定値と起点部の黒鉛の最大値とはよい一致をみた。つまり HIP 材では最大の黒鉛を選択的に起点とし、疲労強度に影響を及ぼしていると考えられる。

HIP 材の起点である黒鉛を分類すると単一の球状黒鉛(37%)、球状黒鉛の集合(48%)、不整形な球状黒鉛(15%)の 3 形態になり、割合では単一の黒鉛でない場合も多い。しかしながら、集合した黒鉛を実際よりも大きめに見積もる包絡面積にとった場合でも、その $\sqrt{\text{area}}$ で表した起点寸法(図 9 中に■印で表示)では推定した最大値と大差ない。

4. 結 言

フェライト基地球状黒鉛鑄鉄(FDI)に対して HIP 処理を加え、内含されている微小引け巣の除去とそれに伴う疲労強度の向上を試みた。回転曲げによる高サイクル疲労試験と起点の観察を行い、HIP 材の黒鉛の寸法に注目した。得られた結果を以下に要約する。

(1) HIP 材と H 材の黒鉛性状にほとんど差違は

Fig. 9 Estimation of maximum graphite grain size on HIP material by statistics of extremes

認められなかった。

(2) HIP 材の密度は H 材と比較して約 1.38% 高く、これは供試材中の微小引け巣が減少しているためであると考えられる。

(3) HIP 材の疲労強度は寿命全域で H 材よりも向上していた。疲労限の値は HIP 材 253 MPa, H 材 192 MPa が得られ、約 1.32 倍に向上された。89 FDI 材と比較すると向上の度合いは小さく、HIP 材と H 材の炉冷による静的強度の低下とそれぞれの供試材の起点寸法の違いと考えられる。

(4) H 材の疲労き裂の発生起点はすべて微小引け巣であった。HIP 材の起点はすべて黒鉛で、HIP 処理によって微小引け巣がほぼ消滅させられていたことが確認された。

(5) HIP 材の起点に含まれる黒鉛の最大値は、表面で測定した黒鉛粒径から極値分布によって推定される黒鉛の最大値とよく一致した。

終わりに、本研究を行う上で有意義なご指導とご助言をいただいた日立金属(株)素材研究所の吉田敏樹氏に深く感謝を申し上げる。

文 献

- (1) 福山邦男・長谷川典彦・西川裕司, 機論, 60-576, A (1994), 1734-1739.
- (2) 越智保雄・石井明・佐々木茂美・坂口祐幸・久保田祐信, 機論, 60-571, A (1994), 619-625.
- (3) 原田昭治・秋庭義明・植田隆治・矢野満, 機論, 60-572, A (1994), 952-959.
- (4) 久保田祐信・越智保雄・石井明・柴田良一, 機論, 61-591, A (1995), 2342-2348.
- (5) 越智保雄・石井明・佐々木茂美・小西康哉, 機論, 57-539, A (1991), 1488-1494.
- (6) 越智保雄・石井明・佐々木茂美・小西康哉, 機論, 58-550, A (1992), 965-970.
- (7) Ochi, Y., Ishii, A., Sasaki, S., Ogata, T. and Konishi, Y., *Proc. of Strength of Ductile Cast Iron and Other Cast Metals '93*, JSME-MMD, (1993), 154-159.
- (8) 前園敏郎・高橋良治, 熱処理, 33-3 (1993), 180-187.
- (9) 加藤容三・中野典彦, 機論, 51-464, A (1985), 1208-1214.
- (10) 西谷弘信・田中哲志, 機論, 51-465, A (1985), 1442-1447.
- (11) 土居滋・原田昭治・光永公一・矢野満・安田久, 機論, 58-550, A (1992), 971-975.
- (12) 例えば, 矢野満, 機論, 51-461, A (1985), 132-135; 52-481, A (1986), 2150-2154; 55-509, A (1989), 84-88.
- (13) 村上敬宜・児玉昭太郎・小沼静代, 機論, 54-500, A (1988), 688-695.
- (14) 村上敬宜・遠藤正浩, 材料, 35-395, (1986), 911-917.