

オーステンパー処理球状黒鉛鑄鉄の研究

機械金属室 國 吉 和 男・羽佐古 裕* 之・大 城 保*

1. 緒 言

鑄鉄の材質改善の方法は、黒鉛形状の改善と基地組織の改善に大きく分けられる。黒鉛形状の改善では、1947年に片状黒鉛を球状黒鉛にする手法が発明されて以来強度が飛躍的に改善されて、球状黒鉛鑄鉄 (Ductile Cast Iron) と呼ばれ今日の強靱鑄鉄の主流となっている。現在のJISでは鑄放しの状態で、球状黒鉛鑄鉄FCD700で引張強度700N/mm²、伸び10%と規定されるまでになっているが、近年は鑄物素材に対しても、高度な特性が要求されるようになり、1970年代半ば過ぎから球状黒鉛鑄鉄を恒温変態させる熱処理、すなわちオーステンパー熱処理した素材 (Austempered Ductile Iron=ADIと呼ぶ) が急速に注目され始めた。

これは球状黒鉛鑄鉄を約1170Kでオーステナイト化し、523Kから723K付近でオーステンパー処理することで、従来のフェライトとパーライトを主体とした基地組織を高強度なベイナイトと延性に富むオーステナイトの混合組織に改善したものである。その結果引張強度が900~1500N/mm²、伸びが10%内外と向上し、耐摩耗性や耐衝撃性が著しく良くなることが評価され、鑄鋼や鍛鋼のような強度部材の有望な代替材として期待されるようになった。¹⁾

しかし素材としてADIの応用範囲が広いことが期待される反面、ADIの基地は主要組織であるベイナイトや残留オーステナイト等の量や形態が、母材の化学組成はもちろん、熱処理方法によっても大きく変化するなど、組織と特性値の関係や実用化のための生産技術など検討すべき課題も多い。^{2) 3) 4)}

本研究ではADIの主要組織であるベイナイトと残留オーステナイト組織を、光学顕微鏡やX線回折装置などを用いて定量化し、それらの量と機械的性質との関係を検討した。

2. 実験方法

2. 1 試験片及び熱処理方法

実験に使用した球状黒鉛鑄鉄の化学組成と機械的性質を表1に示す。

試験片は球状黒鉛鑄鉄板 (150×300×25mm²) から上下面の黒皮をフライス加工で取り除き、引張試験片とX線回折試験片を切り出した。供試材は図1に示すようなブルスアイ組織でFCD600に相当する594N/mm²の強度であった。

オーステンパー処理に使用した実験装置は均一オーステナイト化処理用電気炉に横型電気炉 (島津製作所200V 60A12KW) を使用し、食塩を溶解するための容器には黒鉛るつぼを使用した。

恒温変態用の電気炉は、アルミなるるつぼにニクロム線を巻き付け、アスベストで断熱した簡易電気炉を作製した。

表1 供試材の化学分析値 (wt%) と機械的性質

C	Si	Mn	P	S	Mg
3.60	2.26	0.44	0.03	0.01	0.04
T. S=594N/mm ²			Hardness=192Hv		

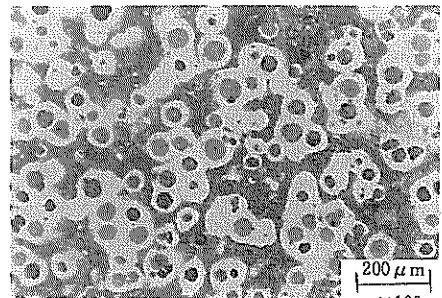


図1 供試材 (FCD600) の顕微鏡組織

*) 琉球大学エネルギー機械工学科

恒温用の塩浴剤は硝酸塩の二元系（硝酸ナトリウム+硝酸カリウム1：1）を使用した。オーステンパー処理条件を図2に示す。処理条件として保持温度を523、573、623、673および723Kの5通り、保持時間を5、30、60および90minの4通りの計20種類とした。

2. 2 光学顕微鏡による組織定量化

ベイナイトと残留オーステナイトの光学的定量化を酸化着色法により行った⁹⁾。

酸化着色法は試料を研磨し5%ナイトール液で腐食後、533Kで6hr加熱して表面を酸化することで、黒鉛近傍に観察される安定オーステナイトは赤紫色、共晶セル境界付近に観察される不安定オーステナイトはライトブルー、ベイナイトはベージュに着色され安定および不安定オーステナイトが明瞭に区別できる。

これをポイントカウンティング法によって定量化した。ポイントカウンティング法は透明のシートに縦横に10本の線を引いて格子をつくり、100倍の顕微鏡写真にのせ100個の交点上の組織を判別して各組織の比率とした。400倍で詳細に観察すると安定オーステナイトはベイナイト間に微細に分布していることが分かる。しかし100倍の顕微鏡写真では両者の識別が困難なため、本実験の光学顕微鏡による定量化ではベイナイト+安定オーステナイトを合計してベイナイトとした。

2. 3 X線回折によるオーステナイトの測定方法

X線回折装置（島津XD-D1）を用いた測定条件で残留オーステナイト量を測定した。試験片形状は図3の下段に示すとおりである。

電圧：40KV	測定した回折面の角度
電流：40mA	α -Fe (200) …… 64.22°
測定角度 (2 θ) : 49° ~ 93°	(211) …… 81.62°
ターゲット：Cu	γ -Fe (200) …… 50.45°
モノクロメーター	(220) …… 74.46°
	(311) …… 90.45°

2. 4 引張試験および硬さ試験

引張試験片の形状を図3上段に示す。万能材料試験機（島津オートグラフ）を用い、引張速度10mm/minで試験を行った。1つの熱処理条件で3本ずつ試験し、平均値を求めた。ピッカース硬さ試験は294N、15sの条件で引張試験片の端面を5~6点測定し平均値を求めた。

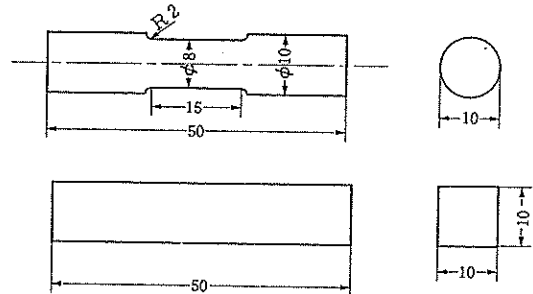


図3 引張試験片とX線回折試験片

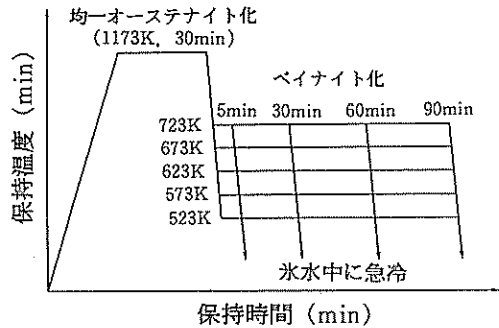


図2 オーステンパー処理条件

3. 実験結果及び考察

3. 1 酸化着色法による組織定量化

酸化着色法によって組織を定量化して保持温度を横軸に取って整理したのが図4および図5である。

この方法ではベイナイトと安定オーステナイトは入り混じり、不安定オーステナイトとマルテンサイトは同じライトブルーで区別がつきにくい。従ってベイナイトには安定オーステナイトが含まれ、不安定オーステナイトにはマルテンサイトが誤差として計測されている。

5 min保持では保持温度の上昇と共にベイナイトは増加し不安定オーステナイトは減少している。先に述べたように、100倍の光学顕微鏡観察ではベイナイトと安定オーステナイトが区別し難く、またマルテンサイトと不安定オーステナイトも区別し難い。したがって図4および図5において、ベイナイトの増加はベイナイトと安定オーステナイトの合計量の増加、また不安定オーステナイトの減少は、不安定オーステナイトとマルテンサイトの合計量の減少と解釈すべきである。次節で述べるように、X線回折によって各保持温度で5 min保持の試験片の残留オーステナイト量を測定すると、同様に保持温度の上昇と共に残留オーステナイト量が増加している。この場合の残留オーステナイト量は安定オーステナイトおよび不安定オーステナイトの両者の合計量として検出している。

これらのことを考慮すると図4の5 min保持の場合、ベイナイトが保持温度と共に増加しているのは、ベイナイトのみの増加ではなく、ベイナイトと安定オーステナイトの合計量の増加と考えられる。⁹⁾

30min以上保持すると673Kを除いてほぼ横ばいで、ベイナイトは70~80%、不安定オーステナイト10~20%の組織割合である。これもX線回折による残留オーステナイト量が保持温度で増加している傾向と重ね併せて考えると、不安定オーステナイトが横ばいなので安定オーステナイトが増加していると考えられる。

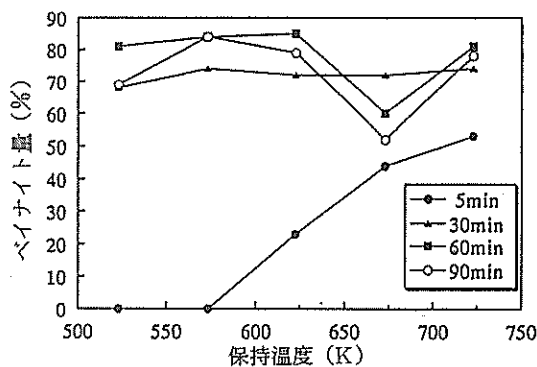


図4 保持温度と酸化着色法によるベイナイト量

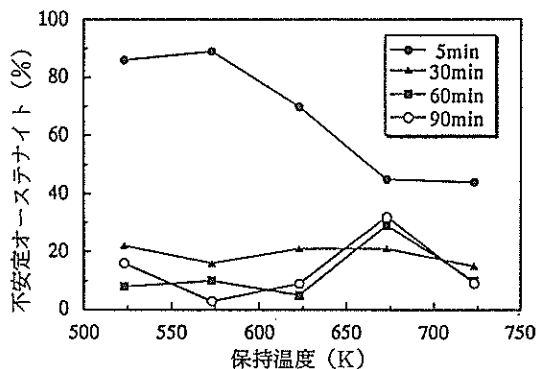


図5 保持温度と酸化着色法による不安定オーステナイト量

3. 2 X線回折による保持時間、保持温度と残留オーステナイト量

X線回折による残留オーステナイト量の測定結果を表2に示す。

上部ベイナイトと下部ベイナイトを600K付近で区分すると下部ベイナイトでは図6のように針状のベイナイトと残留オーステナイトが見られ、上部ベイナイト部では図7のように羽毛状ベイナイトと残留オーステナイトが見られる。

図8は保持時間と残留オーステナイト量の関係を示したものである。保持時間30~90minでは残留オーステナイトが保持温度毎にほぼ一定量残留しており、ベイナイト変態がまだ進行中であることを示している。⁹⁾ 保持温度623および673Kで30min以上保持した場合は、残留オーステナイトが

30~50%と高い値を示している。これは安定オーステナイトと不安定オーステナイトを合計して計測しているため、ベイナイトの析出によりオーステナイトへの炭素の濃縮が起り、その結果ベイナイトと安定オーステナイトが増加していると考えられることから、かならずしも加工誘起マルテンサイト化を引き起こす不安定オーステナイトが増加しているとは限らない。⁶⁾

また723Kで60min以上保持すると残留オーステナイトが非常に少なくなったが、これは大部分がベイナイト変態したためと考えられる。

図9は保持温度と残留オーステナイト量の関係を示したものである。5 min保持ではベイナイト変態はあまり進んでいない。そのため未変態オーステナイトへの炭素濃縮が起こらず、ほとんど炭素濃度の低い不安定オーステナイトのままであるため、急冷されるとマルテンサイト化しやすい。そのために残留オーステナイト量が10~30%程度にとどまると考えられる。

30minの保持時間以上では保持温度の上昇にともなって残留オーステナイト量も増加し、623~673Kで40~50%の最高値を示した。

この温度範囲では組織的にベイナイトと安定オーステナイトが増加していると言われ、これ以上のベイナイト化を進めるには、保持温度の上昇より保持時間を延長して、安定オーステナイトを α -Fe+炭化物に分解する必要がある。⁷⁾

表2 残留オーステナイト量 (Volume %)

K	分			
	5	30	60	90
523	11.7	21.1	27.5	24.2
573	7.8	35.0	36.5	33.8
623	23.9	43.8	44.7	44.5
673	31.7	41.6	51.3	43.8
723	31.6	15.5	0.1	0.2

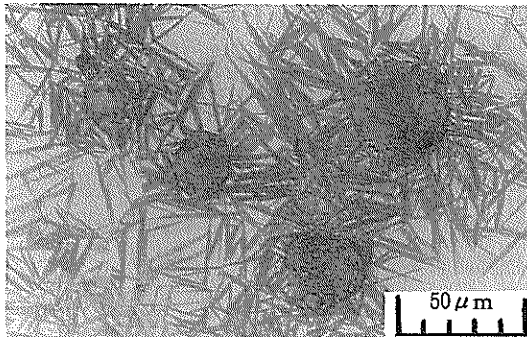


図6 下部ベイナイト組織 (573K, 30min)×600

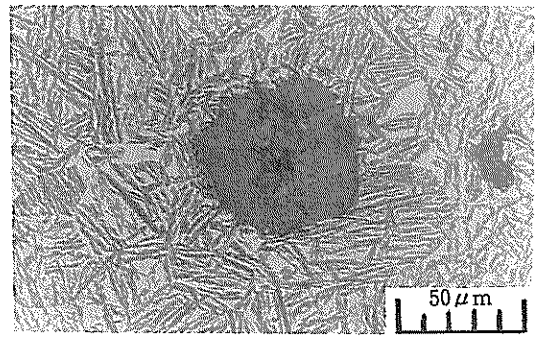


図7 上部ベイナイト組織 (673K, 60min)×600

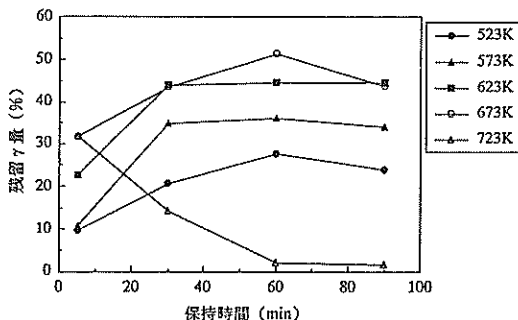


図8 保持時間と残留オーステナイト量

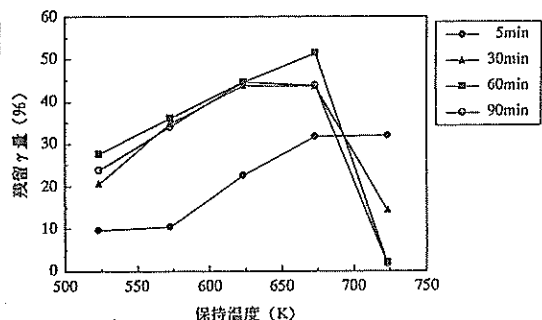


図9 保持温度と残留オーステナイト量

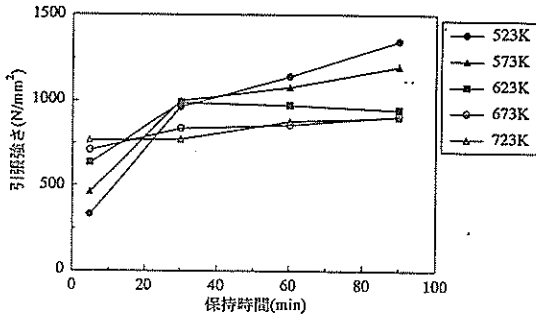


図10 保持時間と引張強度

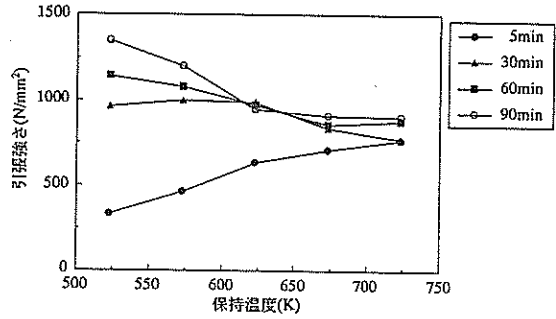


図11 保持温度と引張強度

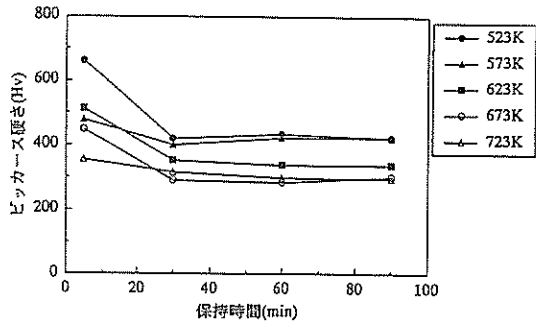


図12 保持時間と硬さ

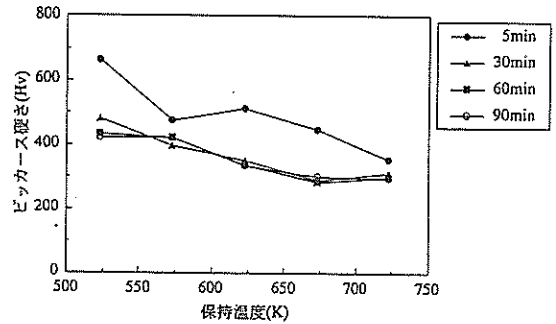


図13 保持温度と硬さ

3. 3 保持時間、保持温度と機械的性質

図10に保持時間と引張強度の関係を示す。引張強度は保持時間とともに高くなり、623K以下の下部ベイナイトでその傾向が大きい。保持温度が623K以下で、保持時間が5 minと短い場合は母材よりも強度が低下した。これは未変態オーステナイトがベイナイト変態する前に急冷されたためほとんどマルテンサイト化したためと考えられる。

図11は引張強度を縦軸に保持温度を横軸に整理したもので、低温ほどすなわち下部ベイナイト側ほど、また保持時間が長い程強度は高い傾向を示している。5 min保持以外はいずれの保持時間でも、保持温度が高いほど強度は低下して約800N/mm²程度に収束した。

図12は硬さについて保持時間を横軸に整理したものである。前述のようにマルテンサイトの生成が大きく影響して、保持時間が短く、保持温度が低いほど高い値を示している。30min以上保持するとそれぞれの保持温度で硬さは一定となり、保持温度が低いほど硬さは高い値を示した。

図13は保持温度と硬さの関係を整理したものである。5 min以外はほぼ同様な傾向で、保持温度が高くなるにしたがい硬さは低下し、723Kで約Hv300となった。

3. 4 残留オーステナイト量と機械的性質

図14は横軸に残留オーステナイト量を取り、引張強度との関係を示したものである。

723K以外は右上がり残留オーステナイト量の増加とともに強度は高くなり、その傾向は低温保持側すなわち下部ベイナイト側で大きくなった。

また保持温度が高い上部ベイナイト側では、残留オーステナイトが増加している割には強度は高くない。

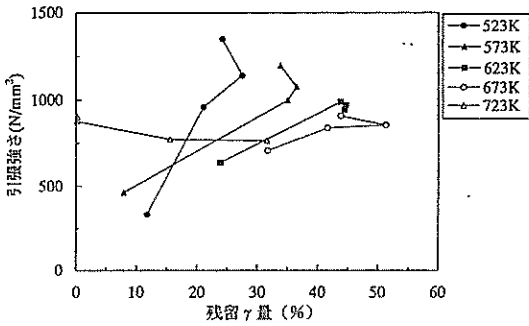


図14 残留オーステナイト量と引張強さ

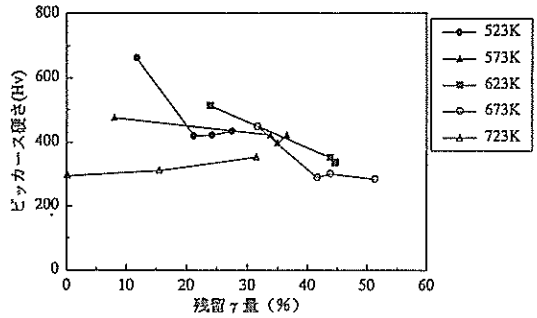


図15 残留オーステナイト量と硬さ

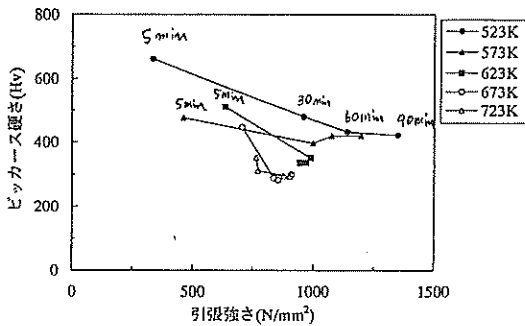


図16 引張強さと硬さ

保持温度723Kでは前述のように60min以上の保持時間でほとんどベイナイト変態をした可能性があり、相関関係がみられなかった。

図15は横軸に残留オーステナイト量を取り、硬さとの関係を示したものである。保持温度が高いと残留オーステナイト量は増加し、それとともに硬さは低下する傾向を示した。60min以上保持でほとんど残留オーステナイトが測定されなかった保持温度723Kは逆の傾向を示している。

図16は横軸に引張強さ、縦軸に硬さを取り保持温度毎に整理したものである。

523および573Kの低温側の保持では、保持時間と共に右下がり硬さが低下して引張強さが高くなる傾向を示している。保持温度が高い623K以上では、保持時間が30min以上になると急激に硬さは低下し、約Hv290、800N/mm²付近に収束している。

これは低温保持の下部ベイナイト組織が上部ベイナイトに比べて硬さと強度域で幅のある材質であることを示している。

3. 5 X線回折による回折角度

X線回折装置によって典型的な3種の素材を、未処理材と焼き入れ材で以下のように4種類にして、残留オーステナイト量を測定しその波形の特徴と回折角度を検討した。

残留オーステナイト量		
SS400	———	未処理材 0.5 %
SK 5	———	未処理材 0.5 %
	———	焼き入れ 17.5 %
SUS304	———	未処理材 99.5 %

図17はSS400、SK5、SUS304のX線強度の測定例である。上段のSS400の未処理材はほとんど α -Feで γ ピークのない波形を示した。SK5の焼き入れ組織はマルテンサイト100%にならず、未変態のオーステナイトが17.5%残留したために中段の波形のように α 、 γ のピークが観測された。

また下段のSUS304はほとんど γ -Feで α ピークが見られない波形を示した。本実験の供試材20試

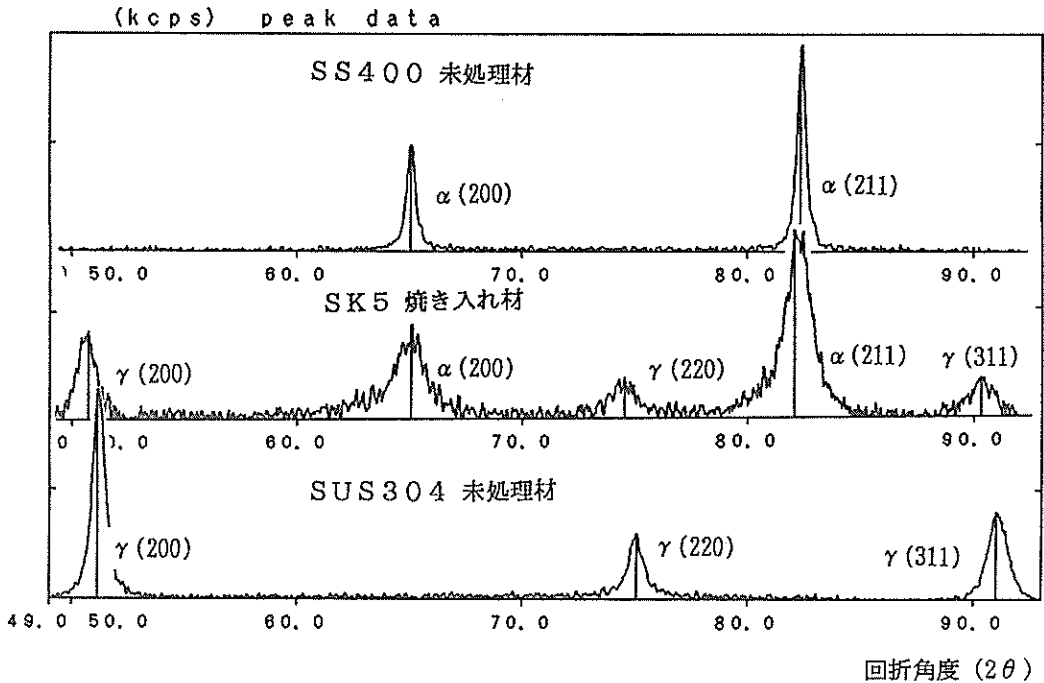


図17 X線強度測定例

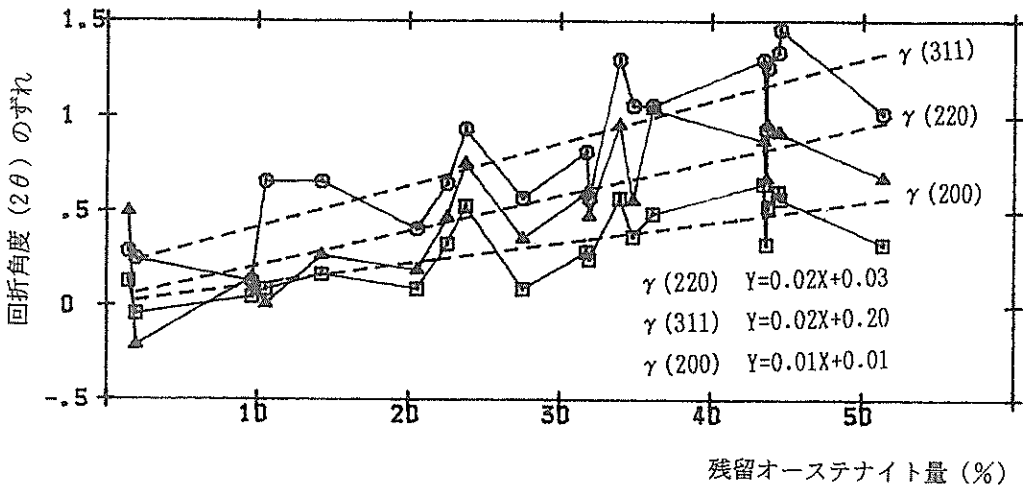


図18 残留オーステナイト量と γ -Feの回折面角度のずれ

料の残留オーステナイトの波形を見ると中段の波形のように α 、 γ のピークが観察されるが、残留オーステナイトの量により γ のピーク角度位置が動く。図17においてSUS304の γ 位置が高角度側にずれているのがわかる。

図18は γ -Fe角度(200)面=50.45°、(220)面=74.46°、(311)面=90.45°を基準値として、各回折角のピーク位置のずれ量を、回折角度(2θ)減少を(+)方向として、残留オーステナイト量を横軸に整理し回帰式を求めたものである。明確な相関関係ではないが、残留オーステナイトが増加すると右上がり、ずれ角が大きくなる。すなわち回折角度(2θ)が低角度側にずれる傾向がみられる。

4. 結 言

球状黒鉛鑄鉄FCD600を1173Kでオーステナイト化して保持温度523~723Kの5水準と保持時間5~90minの4水準でオーステンパー処理して、主要組織と機械的性質との関係を検討した結果を以下に要約する。

- 1) 残留オーステナイト量は保持温度623~673K、保持時間30min以上の上部ベイナイト域で30~50%と高い値を示した。
- 2) 5 minの短い保持時間では残留オーステナイト量は10~30%程度と低く、下部ベイナイト域より上部ベイナイト域の方が多くなる傾向である。
- 3) 引張強さは保持温度が低く、保持時間が長くなるほど高くなる傾向がある。すなわち残留オーステナイトの少ない下部ベイナイト域で強度は高くなり、1349N/mm²と母材の約2.3倍の高い値を示した。
- 4) 下部ベイナイト域では保持時間が短いとその後の急冷によってマルテンサイトが生成し易く、強度は母材よりも低くなることもあるが、保持時間が長くなると急激に向上する傾向を示した。逆に残留オーステナイトの多い上部ベイナイト域では保持時間による強度変化は小さい。
- 5) 硬さは保持時間が短く、保持温度が低いほど高い値を示し、マルテンサイトに近いHv700にもなった。また保持時間30min以上では保持時間より保持温度に依存して硬さは変化する。
- 6) 保持温度の違いによる硬さは残留オーステナイトの少ない下部ベイナイト域で高く、変化も大きい。逆に残留オーステナイトの多い上部ベイナイト域では硬さは低く、変化も小さい。
- 7) X線回折法による残留オーステナイトの測定では、残留オーステナイト量が増加すると γ -Feの回折角度(2θ)が低角度側にずれる傾向がある。
- 8) 酸化着色法による組織の定量化はベイナイトと安定オーステナイト、不安定オーステナイトとマルテンサイトを合算される傾向があり、精度は高いとは言えないが、安定オーステナイトと不安定オーステナイトの区別が出来ることと、X線回折による残留オーステナイト量を加味してベイナイトとオーステナイト組織の傾向を知ることが出来る。

最後に本研究を遂行するに当り、ご指導ご助言を下さった琉球大学エネルギー機械工学科助教授糸村昌祐先生に深く感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 塩川忠：鑄物、Vol56、362P、1984
- 2) 石原安典：鑄物、Vol58、823P、1986
- 3) 藤田武男、大城桂作、福井昂、末永允：鑄物、Vol62、26P、1990
- 4) 新谷一博、加藤秀治、塩谷外司、藤村善雄：鑄物、Vol63、524P、1991
- 5) 田中雄一、石井裕士：鑄物、Vol63、699P、1991
- 6) 牧正志：鑄物、Vol65、420P、1993
- 7) 大城桂作、沢本章、樋渡淳一：鑄物、Vol60、234P、1988

編 集 沖縄県工業技術センター

発 行 沖縄県工業技術センター

〒904-2234 沖縄県うるま市字州崎 12 番 2

T E L (098)929-0111

F A X (098)929-0115

U R L <https://www.pref.okinawa.lg.jp/site/shoko/kogyo/>

著作物の一部および全部を転載・翻訳される場合は、当センターにご連絡ください。