

## 6.4 鋳鉄の凝固に及ぼす第3元素の効果

一方向凝固した Fe-C 系合金の引張強度特性

### Tensile properties of unidirectionally solidified Fe-C alloys

藤川 貴朗 木口 昭二\* 服部 善之\*\*

Takao Fujikawa, Shoji Kiguchi, Yoshiyuki Hattori

\* 近畿大学理工学部

\*\* 近畿大学 (現四日市市立内部中学校)

Abstract:

The tensile properties of unidirectionally solidified Fe-C alloys have been investigated. The specimens were contained 0.068 mass% Ti, 0.021 mass% Zr respectively. Solidification rate  $R$  were varied from 0.00020 to 0.01000 cm/s. From a part of specimens were tested as cast, and the others were subjected to normalizing heat treatment. As the graphite be finer (under-cooled graphite), the tensile strength, elongation, Young's modulus became larger. Ti and Zr distinctly made graphite finer. Scanning electron microscope examination of fracture surface have been carried out to consider the correlation between micro-structure and tensile properties.

Keywords : tensile properties, unidirectional solidification, cast iron, micro-structure

#### 1. 緒言

ねずみ鋳鉄は、その機械的性質の肉厚感受性が強い材料である<sup>1)</sup>。ねずみ鋳鉄の肉厚感受性が強い原因は、Fe-C系合金の共晶凝固組織形成の機構に求めることができよう。この機構を解明するため、著者らは、Fe-C系合金の共晶凝固について、凝固条件と組織の関係、不純物元素の効果、凝固界面の挙動などの基礎的研究を行ってきた<sup>2)3)4)</sup>。これらの研究では、表面活性元素の強い関与や凝固組織形成のメカニズムについての知見が得られた。そこで次には、凝固組織と機械的性質の相関を調査すべきであろう。相互の関係を調査するためには、一方向凝固法により、凝固の基礎的条件をコントロールした上で、機械的性質が測定される必要がある。

しかし、一方向凝固によって得られた鋳鉄の機械的性質を系統的に調査した報告は極めて少ない。また組織形成に強い影響をあたえる不純物元素を加えた報告は、ほとんど見あた

らない。そこで、本研究では、一方向凝固法を用いて、Fe-C系合金と、同じくFe-C系合金に、Ti, Zrを加えた試料の引張強

度特性を調査した。またさらに、基地組織の影響を評価する目的から、焼準処理によりパーライト地を微細化させた場合についても引張特性を調査した。

#### 2. 実験方法

##### 2.1 母合金の溶製

溶解原料には、電解鉄 (板状)、電極棒黒鉛くず、スポンジチタン、金属ジルコニウムを用いた。高周波溶解炉 (出力 20 KW, 容量 20 Kg) を用いて、アルミナ質るつぼ (容量 10 kg) 中で、アルゴンガスを流入しながら、電解鉄と電極棒黒鉛くずを 5 kg 溶解した。その溶湯に、所用量のスポンジチタンか金属ジルコニウムを添加して、1723 K で出湯し、直径 20mm のフェノールウレタン系有機自硬性鋳型に鋳込んで母合金とした。表 1 に母合金の化学組成を示す。母合金をそれぞれ、150 g に調整し、一方向凝固実験に供した。

表 1 母合金の化学分析値 (mass%)

番号	C	Si	Mn	P	S	Ti	Zr	O	N
G-1	4.14	0.025	0.012	0.004	0.002	-	-	0.0008	0.0031
G-2	4.13	0.023	0.008	0.001	0.001	0.086	-	0.0009	0.0038
G-3	4.24	0.013	0.004	0.001	0.001	-	0.021	0.0007	0.0025

## 2.2 一方向凝固装置

実験に用いた一方向凝固装置は、前報<sup>2)</sup>と同じく、図1に示す試料移動型のブリッジマン法によるものである。炭化珪素発熱体を用いた主加熱炉で、アルゴンガス雰囲気中で試料を溶解し、水冷スリーブによって温度勾配を持たせた炉心管下部方向へ試料を移動させながら、一方向凝固させた。図2に試料系の概略を示す。試料はムライト質タンマン管中にホウ珪酸塩ガラス10gとともに挿入して溶解した。2本の熱電対保護管を、試料の中心位置に高さ方向に15mmの間隔で挿入し、R熱電対で熱分析を行い、凝固界面の温度勾配を測定した。

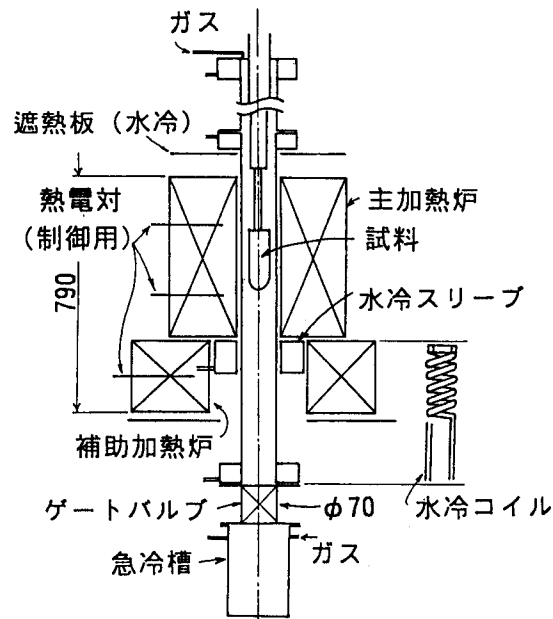


図1 一方向凝固装置の概略

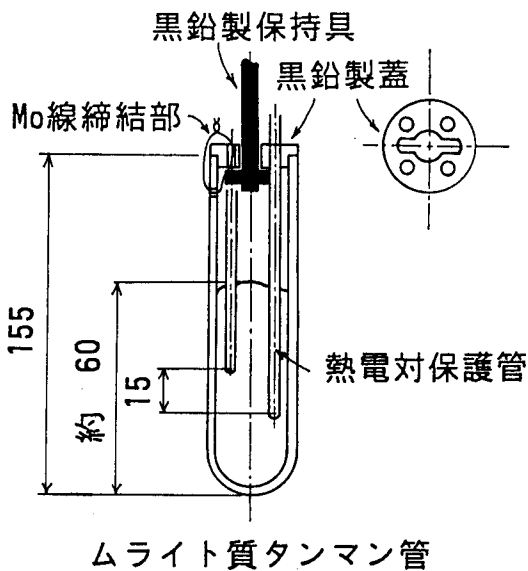


図2 試料系の概略

## 2.3 一方向凝固実験の方法

図3に一方向凝固実験の溶解プログラムを示す。

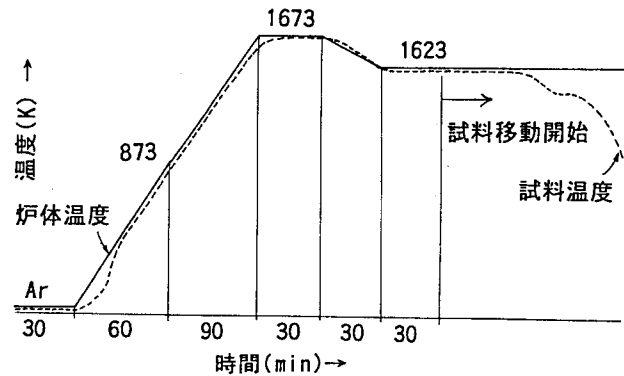


図3 一方向凝固実験の溶解プログラム

試料は 1673 K に 1800 s 過熱保持した後、1623 K で 1800 s 保持後、所定の移動速度で下方に移動させた。移動速度  $V$  は、0.00020, 0.00050, 0.00100, 0.00300, 0.01000 cm/s のうちから 4 段階を選択して変化させた。凝固界面での温度勾配は、このとき約 20 K/cm である。試料は凝固が終了したのち、共析反応が終了する時点までそのままの速度で移動させ、その後は炉冷された。炉体電源が切られてから、試料が常温に冷却されるまでの時間は、おおよそ 14400 s (4 hr) である。凝固終了後の試料は、直径 24 mm、長さ約 60 mm である。各条件あたり  $N=2$  で実験を行って試料を得た。

## 2.4 熱処理条件と引張試験の方法

凝固後の試料は、放電加工により、1 試料から 4 本ずつ、直径 6 mm、長さ約 50 mm の丸棒に切り出した。さらに切削加工により、図4のように、平行部を 10 mm、径 4 mm、R 2.5 mm に加工し引張試験片とした。引張試験片は、その一部を鋳放しのまま、残りを焼準処理した。焼準熱処理は、黒鉛るつぼ中に、土

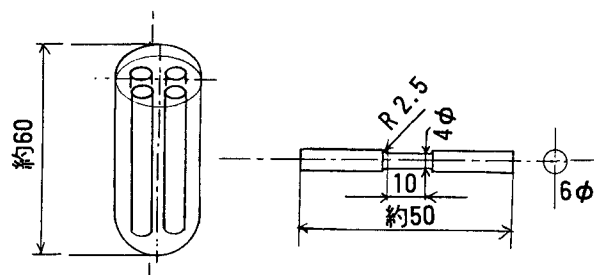


図4 引張試験法の寸法

状黒鉛を混ぜた珪砂中に試料を埋め、密閉し、マッフル炉で大気中、1173 K到達後 3600 s保持し、直ちに取り出して空冷した。この条件下では、試料表面はやや酸化するが、サンドペーパーにより容易に取り除ける程度であった。

引張試験は、電気式精密万能試験機（容量 1000 kN）で（測定レンジは 5000 N）、引張り速度 0.3mm/minで行った。ベース長 8mm、ゲージ長 4mm の抵抗線ひずみゲージを、シアノアクリレート系接着剤を用いて接着し、4 ゲージ法、2 アクティブダミー法で、荷重-ひずみ線図を取った。この線図から、接線法で、無荷重時のヤング率E<sub>0</sub>と、破断直前の最大ひずみ量からその時点での弾性ひずみ分を除いた値として、伸びを算出した。本研究ではこの伸びを採用し、破断試料を突き合わせて、標点間距離測定による伸び測定値は採用しなかった。

### 2.5 破面観察と組織観察方法

引張試験後の試料は、SEM観察により破面の状況を調査した。また、試料の縦断面方向（凝固方向、引張試験方向と同じ）に切断研磨し、破面近傍の形状、および平行部の組織試験を行った。この部分が、温度勾配を測定した試料中心部に相当する。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 引張強度特性

図5に引張試験の結果を、凝固速度で整理して示す。全般に、凝固速度が大きいほど引張り強さは大きかった。鑄放し試料の場合、引張強さは、100~180 N/mm<sup>2</sup>程度であり、凝固速度が大きいほど引張強さも大きくなった。Fe-C系に比べて、Ti, Zrを添加した場合には、より小さい凝固速度で、引張強さが大きくなった。焼準試料の場合、引張強さは、最大 300 N/mm<sup>2</sup>以上になっている。全体に強度が大きいことに加えて、強度の立ち上がりより低凝固速度になった。Ti, Zrの効果も顕著である。また、最も低速、0.00020 cm/sの場合で、引張強さが若干向上した。引張強さの測定値のばらつきは、低速ほど大きい。これは黒鉛のサイズに原因するもので、凝固速度0.00020 cm/sの場

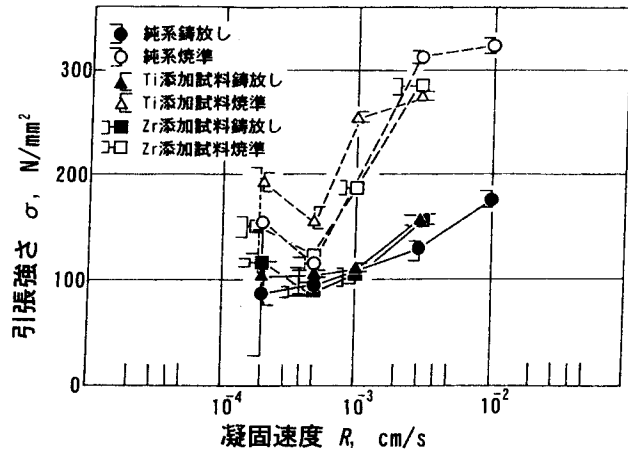


図 5-a 一方向凝固試験片における凝固速度と引張強さの関係

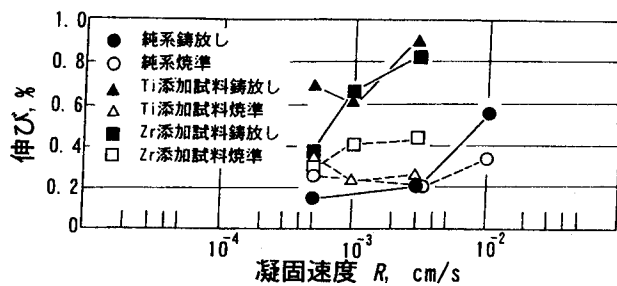


図 5-b 一方向凝固試験片における凝固速度と伸びの関係

合、試験片の直径に対して、個々の黒鉛片が大きすぎるのであろう。

伸びは、鑄放し試料で大きく、焼準試料で小さい。ただし、純系Fe-C系は鑄放しであっても伸びは小さい。凝固速度が増せば、伸びが大きくなる傾向がすべての試料について見られる。

これらの引張特性は、黒鉛片の大きさで説明することができる。すなわち、黒鉛片間隔は、炭素の拡散支配によるものであるから、凝固速度大ほど、λは小さい。黒鉛を単純に基地中の欠陥と見なせば、黒鉛片が小さいほど応力の集中は少ない。脆性的材料の場合、欠陥は小さいほど、亀裂伝播は抑制されて強度が大きくなる。けれども、本実験の場合の鑄鉄は完全な脆性材料ではなく若干の延性があるので、欠陥（黒鉛）が小さく、基地の連続性が高いほど伸びが大きくなったと考えられる。これらの強度、伸びの相関関係が、基地組織を変化させた場合に変化することは、興味深い結果ではあるが、鑄鉄の破壊現象が大変複雑であるこ

とを示唆している。

本実験の場合、供試材料は基本的にFe-C純系であるので、引張強度に関して、他の元素によるフェライト地の強化は期待できない。特にSiによるフェライトの固溶強化。また、セメンタイトへの合金元素の分配による強化も考えられない。この条件下で、本研究の引張強さの値は、比較的高いと考えるべきであり、焼準処理で300 N/mm<sup>2</sup>以上の引張強度が得られたことは、注目できる。

過去の報告では、Neisswagg<sup>5)6)7)</sup>による一方向凝固実験が最も幅広く信頼できる結果と言える。彼らの実験は、温度勾配がやや大きいこと、基地組織をフェライト化させていること、Si含有の試料を一部実験していることなどで本研究とは若干異なる。しかし彼らの結果と本研究の結果は矛盾なくつき合わせることができる。すなわち、温度勾配が大きく、G/Rが大きい場合、黒鉛は配向性が高くなる。また、過冷黒鉛が晶出しやすい。過冷黒鉛が晶出すれば引張強度は増す。伸びも黒鉛が小さいほど大きい。

この興味深い結果は、金型鑄造における、過冷黒鉛を有する鑄鉄の強度特性に関する、近藤らの報告<sup>8)</sup>と一致する。過冷黒鉛を有する金型鑄造黒鉛鑄鉄は、引張強さ350 N/mm<sup>2</sup>以上を持ちながら、数%の伸びを有する。また、Siの含有により強化が著しい。

しかし、通常の鑄込まれ方をした鑄鉄において、過冷黒鉛が組織中に混在した場合、引張強さが下がってしまうことが、経験されることもある。中江ら<sup>9)</sup>は、これを検討した結果、片状黒鉛で伸びが大きく、過冷黒鉛で伸びが少ないと考えれば、複合則によって、これを説明できるとした。しかし、これでは、一方向凝固での結果、金型鑄造での結果とは矛盾している。この違いがいかなる原因によるものかについて、さらに研究が必要であろう。

図6に凝固速度とヤング率の関係を、図7にヤング率と引張強さの関係を整理して示す。図6から、ヤング率の測定結果は熱処理条件による差がないことが解る。つまり、基地組織を変化させても、ヤング率を制御することはできない。このこ

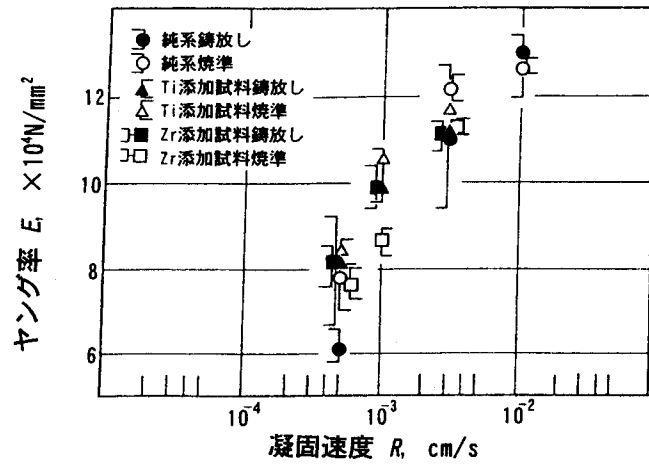


図6 一方向凝固試験片における凝固速度とヤング率の関係

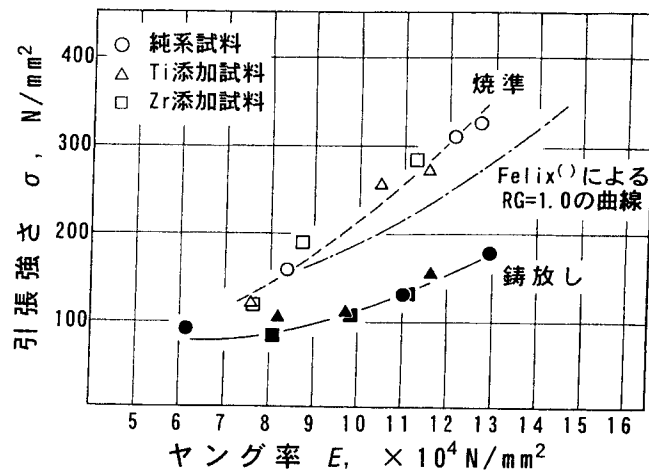


図7 ヤング率と引張強さの関係

とは、反対に、図7のように、おなじヤング率の鑄鉄で、基地組織を変化させて、引張強度をコントロールすることができることを意味する。

鑄鉄のヤング率が小さいこと、およびこのヤング率を調整できることは、鑄鉄の振動減衰能や切削性に直接関連することであり、工業的にも重要な意味を持っている。

### 3.2 組織観察の結果

図8に試料の組織を示す。観察した場所は、引張試験片の平行部である。引張強度は黒鉛の大きさ依存である。特に強度が大きくなるのは、過冷黒鉛を晶出する場合であることが解る。Ti, Zrによって、過冷黒鉛の晶出が促進されている。しかし、この組織観察の結果から、同様な方法で凝固

凝固速度  $R, \text{cm/s}$  凝固方向  $\longrightarrow$

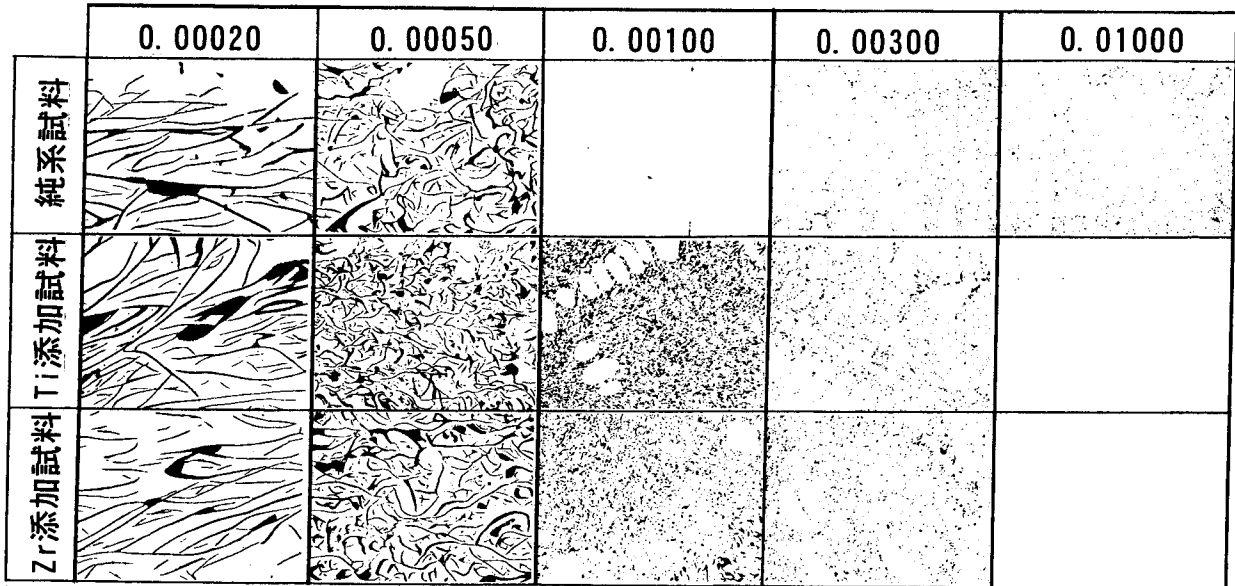


図8 一方向凝固試験片の組織  
腐食なし

0.5 mm

させた、著者の結果<sup>3)4)</sup>と比較して、溶湯が過冷黒鉛を晶出しやすく、Ti, Zrの効果がやや緩やかであることが見られる。これは表1の母合金の酸素含有量が、本研究の方が少ないことに原因すると考えられる。

図9に、Fe-C系、凝固速度0.00020 cm/sの場合



100  $\mu$

図9 Fe-C純系、(G-1)、凝固速度  
0.00020cm/s 鑄放しの基地組織  
(腐食ナイタール)

の鑄放し、焼準試料の基地組織を示す。この場合、鑄放し試料では、粗大なパーライトであり、また、板状の大きなセメントイトと考えられる白色の

組織が見られる。焼準した場合、パーライトは緻密になったが、大きなセメントイトは若干残存している。図10に凝固速度0.01000 cm/sの場合の組織を示す。鑄放しの場合、過冷黒鉛の晶出部はフェライト化している。また、一部の初晶オーステナイトの部分はパーライトである。焼準試料はすべて微細なパーライト組織となっている。焼準熱処理は、パーライトを微細化すると同時に、基地組織を均一化する意味から行われたものである。



100  $\mu$

図10 Fe-C純系、(G-1)、凝固速度  
0.01000cm/s 鑄放しの組織  
(腐食ナイタール)

凝固速度 R, cm/ s

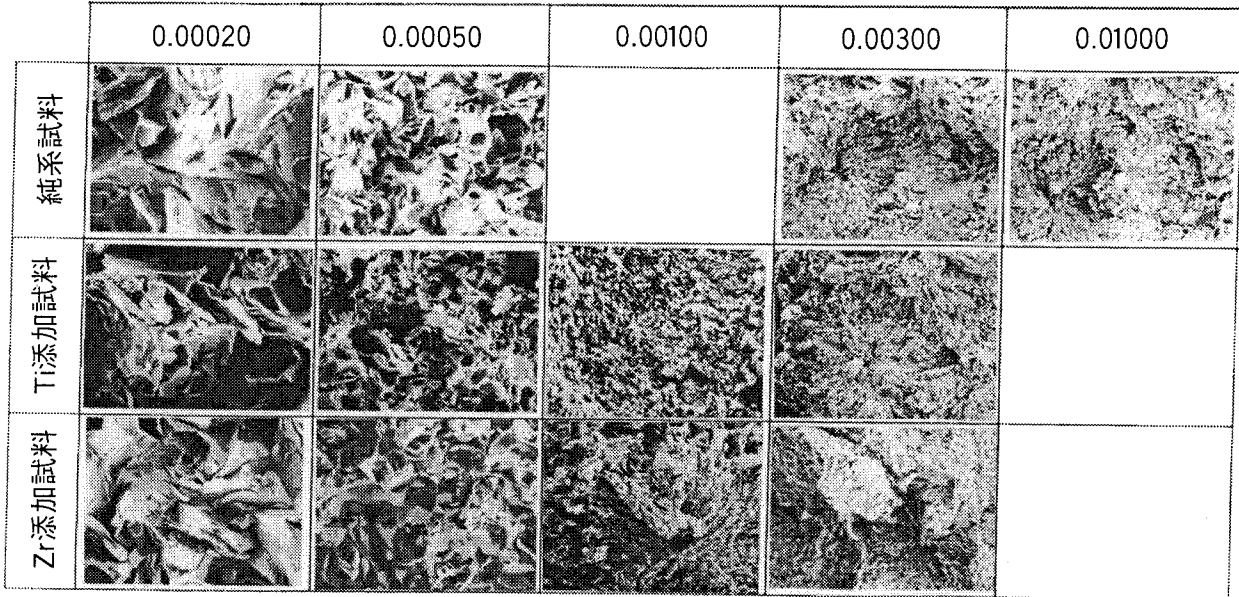


図 11 引張破面のSEM観察結果 (低倍率)

← 0.5mm

### 3.3 破面観察の結果

図 11 に破面のSEM観察結果(低倍率)を整理して示す。小さな凝固速度では、破面の凹凸は大きく、黒鉛片の表面と基地との剥離が破面の大きな面積を占めている。反対に、過冷黒鉛を晶出した試料の破面では凹凸が少ない。しかしこの場合は、 $G/R$ が小さいので、凝固界面の安定性が低下して、共晶セル凝固が起こり、その凝固組織がそのまま破面に現れている。そして、亀裂はその共晶セル境界を横断しているのではなく、共晶セル内を横切っていることが明らかに観察される。これは、過冷黒鉛を晶出する共晶セルの中心部にしばしば見られる、スパイク状に凝集した黒鉛(初晶?)が断面に見られることから確実であろう。

図 12 に、Fe-C系、凝固速度 0.00020 cm/s の試料の破面の高倍率観察結果を示す。

鑄放し試験片の場合、破面は、粗大なパーライトのディンプル(延性破面)、擬劈開破面の2パターンと、黒鉛表面の剥離部分からなっている。焼準した場合、破面は、微細な凹凸(パーライトに相当)を持つ比較的平らな部分と、剥離部分からなっていて、ディンプル破面は見られない。このことから、破面中の延性破面の面積が多いほど伸びが大きくなるのであろうと考えられる。

過冷黒鉛が晶出した場合は、高倍率観察では、亀裂が基地を横断した面積が大きいように感じ

られる。凝固速度 0.01000 cm/s の場合、鑄放しでは、破面は比較的延性的であり、焼準の場合破面はやや平らに見られる部分が増えたように観察される。しかし、両者とも基地の連続性が高く、黒鉛は活発に枝分かれている。

Ti, Zr添加、凝固速度大、焼準の場合では、破面中で微細なパーライトによるディンプルが見られるようになる。図 13 参照。このことが伸びを大きくしているのであろうと考えられる。しかし、Ti, Zrの場合にだけ微小なディンプルが見られ、純系ではそれが見られないことの原因は不明である。このことが、直接的に伸びのデータと対応している。Ti, Zrは、本実験の場合微量の添加であるけれども、焼準時のオーステナイトからのパーライトの析出に関して、影響を与えているとも考えられる<sup>11)</sup>。すなわち $\gamma$ ループ型、あるいは $\gamma$ 狭小型元素であり、炭化物生成傾向が大きいなどの特徴を持っている。

以上のように、ねずみ鑄鉄の引張破面の状況は大変複雑である。すなわち破面中の黒鉛と基地との剥離部分の状態、基地の破断部の状態が、黒鉛の大きさ、基地組織によって変化しているのである。このことから鑄鉄の強度を基礎的に説明しようとする場合、破面の亀裂進展の状況まで考慮

凝固速度  $R, \text{cm/s}$

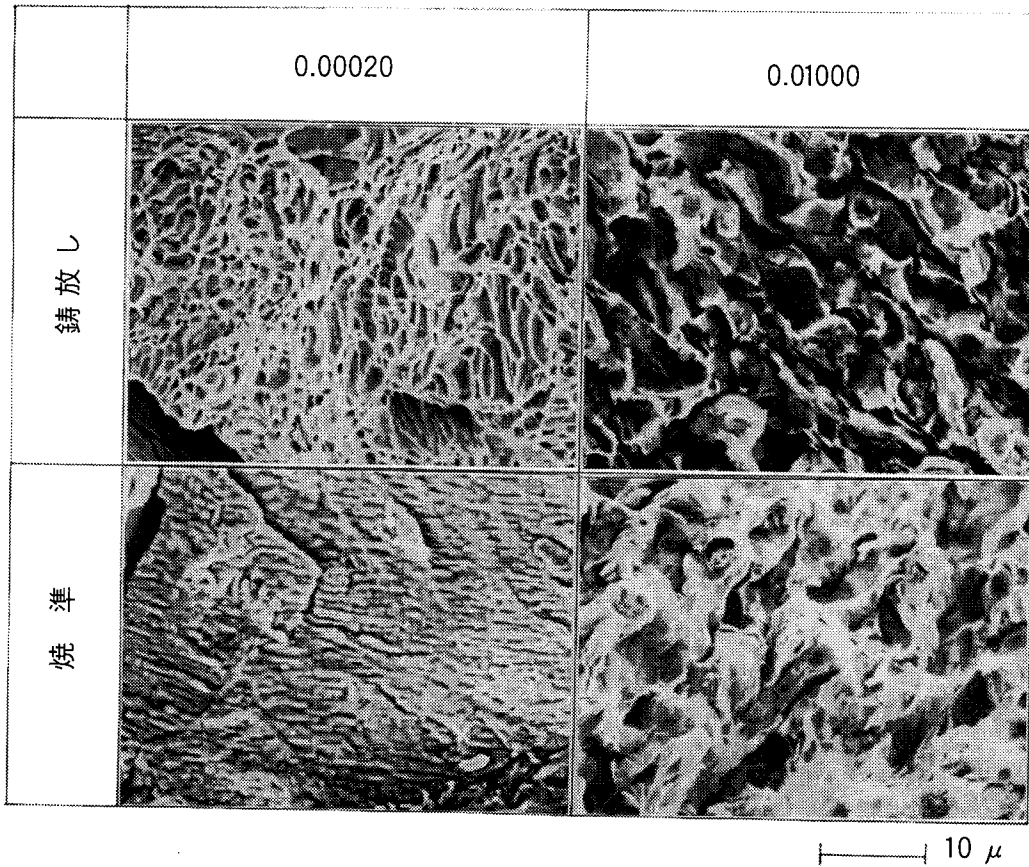


図 12 Fe-C純系試料の破面に対する凝固温度速度、熱処理の効果

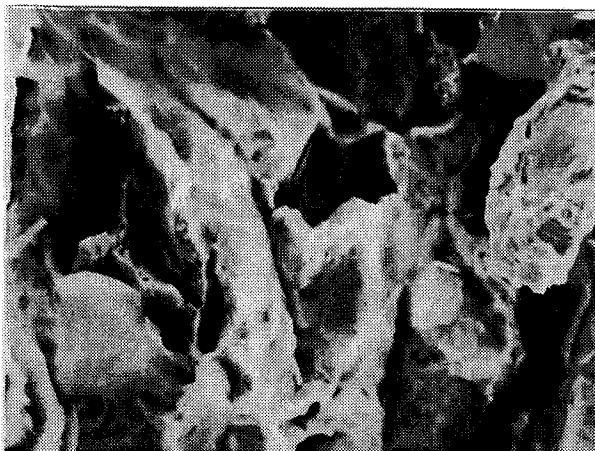


図 13 Ti添加 (G-2),  
 $R = 0.01000 \text{cm/s}$ , 焼準の破面

する必要のあることが、容易に理解できる。いずれにしても本研究では、引張時のひずみ速度が1種のみであるので、議論は限られた範囲にとどまらざるを得ない。

#### 4 結論

一方向凝固したFe-C系ねずみ鑄鉄の引張強度特性を調査した結果は以下のように要約できる。

- 1) ねずみ鑄鉄の引張強度は、一方向凝固の場合、黒鉛が小さいほど大きい。すなわち、過冷黒鉛鑄鉄は引張強さが大きい、また伸びも優れている。過冷黒鉛の晶出は、凝固速度を増すか、Ti、Zrのような脱酸、脱硫元素の添加によって容易に達成できる。
- 2) ねずみ鑄鉄の引張強さ、ヤング率は、黒鉛組織の制御により容易に変化させることができる。
- 3) 引張破面の微視的な状態は、相当複雑であるが、強度について関連づけて説明できる。

#### 文献

- 1) たとえば、加山延太郎：鑄鉄の材質、(日本鑄物工業会) (1962) (コロナ社)
- 2) 藤川貴朗, 中村幸吉, 炭本治喜：鑄造工学 69 (1997) 297
- 3) 藤川貴朗, 中村幸吉, 炭本治喜, 木口昭二：鑄造工学 69 (1997) 643
- 4) 藤川貴朗, 中村幸吉, 炭本治喜, 木口昭二：鑄造工学 70 (1998) 14

- 5) H. Nieswaag, A. J. Zuithoff :  
The Solidification of Cast Iron, (1975)  
(Georgi Pub., Switz.), 327
- 6) K. V. Prabhakar, H. Nieswaag, A. J. Zuithoff:  
Int. Conf. Solid. 1977, (1979), 444
- 7) H. Nieswaag, T. Luyendick : Solidification  
technology in the foundry and cast house,  
(The Metal Soc.) (1980) 284
- 8) 上田叔完, 近藤靖彦 : 鑄鉄の金型鑄造,  
(日本鑄物協会) (1976) 39
- 9) 中江秀雄ら : 鑄造工学 69 (1997) 562
- 10) W. Felix : Giesseri 50 (1963) 6
- 11) たとえば, 金属便覧, (日本金属学会)  
(1990) 507, (丸善)