

# 博士論文

## ディーゼル燃料中における真空浸炭焼入れした SCM415 の強度特性に関する研究 (Study on Strength Properties of Vacuum Carburized SCM415 in Diesel Fuel)

2018 年 3 月

立命館大学大学院理工学研究科  
機械システム専攻博士課程後期課程

各務 周





立命館大学審査博士論文

ディーゼル燃料中における真空浸炭焼入れした

SCM415 の強度特性に関する研究

(Study on Strength Properties of

Vacuum Carburized SCM415 in Diesel Fuel)

2018 年 3 月

March 2018

立命館大学大学院理工学研究科

機械システム専攻博士課程後期課程

Doctoral Program in Advanced Mechanical Engineering and Robotics

Graduate School of Science and Engineering

Ritsumeikan University

各務 周

KAGAMI Shu

研究指導教員：上野 明教授

Supervisor：Professor UENO Akira



# 目 次

|   |           |
|---|-----------|
| <b>第 1 章 緒 論</b>                                  | <b>1</b>  |
| 1.1 研究背景  | 1         |
| 1.1.1 ディーゼル車を取り巻く環境                               | 1         |
| 1.1.2 静的強度に対する環境の影響と評価手法                          | 6         |
| 1.1.3 疲労強度に対する環境の影響と評価手法                          | 8         |
| 1.2 本研究での取り組み                                     | 11        |
| 1.3 本論文の構成  | 14        |
| 参考文献  |           |
| <b>第 2 章 燃料中の静的強度評価手法の確立<br/>および含水バイオ燃料中の強度特性</b> | <b>21</b> |
| 2.1 はじめに  | 21        |
| 2.2 実験方法  | 22        |
| 2.2.1 供試材   | 22        |
| 2.2.2 評価方法  | 25        |
| 2.2.3 試験燃料  | 27        |
| 2.3 実験結果および考察                                     | 27        |
| 2.3.1 試験方法の妥当性検証                                  | 27        |
| 2.3.2 SCM415 の一定負荷浸漬試験結果                          | 29        |
| 2.3.3 強度低下の要因検討                                   | 31        |
| 2.3.4 主要因特定                                       | 35        |
| 2.3.5 推定原因の検証                                     | 37        |
| 2.4 まとめ   | 39        |

## 参考文献

**第 3 章 燃料中の疲労強度評価手法の確立  
および燃料中の 4 点曲げ疲労特性** 41

|   |    |
|---|----|
| 3.1 はじめに .....                              | 41 |
| 3.2 実験方法 .....                              | 42 |
| 3.2.1 供試材 .....                             | 42 |
| 3.2.2 評価設備 .....                            | 44 |
| 3.2.3 疲労試験 .....                            | 46 |
| 3.2.4 試験燃料 .....                            | 47 |
| 3.3 実験結果および考察 .....                         | 47 |
| 3.3.1 試験方法の妥当性検証 .....                      | 47 |
| 3.3.2 疲労試験結果 .....                          | 50 |
| 3.3.3 破面, 表面観察結果 .....                      | 52 |
| 3.3.4 破壊起点別の $S-N$ 線図 .....                 | 55 |
| 3.3.5 起点部ファセットの破壊形態 .....                   | 55 |
| 3.3.6 粒界割れ面積を用いた $\Delta K_I$ による強度検討 ..... | 59 |
| 3.3.7 起点部周りのファセット率 .....                    | 61 |
| 3.3.8 含水バイオ燃料の試験片への影響 .....                 | 63 |
| 3.4 まとめ .....                               | 66 |

## 参考文献

**第 4 章 含水バイオ燃料中の 4 点曲げ疲労特性に及ぼす  
表面研磨の効果** 71

|                     |    |
|---------------------|----|
| 4.1 はじめに .....      | 71 |
| 4.2 実験方法 .....      | 72 |
| 4.2.1 供試材 .....     | 72 |
| 4.2.2 疲労試験 .....    | 74 |
| 4.3 実験結果および考察 ..... | 75 |

|                                       |    |
|---------------------------------------|----|
| 4.3.1 疲労試験結果                          | 75 |
| 4.3.2 破面，表面観察結果                       | 77 |
| 4.3.3 破壊起点別の $S-N$ 線図                 | 80 |
| 4.3.4 粒界割れ面積を用いた $\Delta K_I$ による強度検討 | 84 |
| 4.4 まとめ                               | 86 |

参考文献

## 第 5 章 含水バイオ燃料中の 4 点曲げ疲労特性に及ぼす 添加元素 Bi の影響 89

|                                       |     |
|---------------------------------------|-----|
| 5.1 はじめに                              | 89  |
| 5.2 実験方法                              | 90  |
| 5.2.1 供試材                             | 90  |
| 5.2.2 疲労試験                            | 92  |
| 5.3 実験結果および考察                         | 93  |
| 5.3.1 疲労試験結果                          | 93  |
| 5.3.2 破面，表面観察結果                       | 95  |
| 5.3.3 破壊起点別の $S-N$ 線図                 | 97  |
| 5.3.4 粒界割れ面積を用いた $\Delta K_I$ による強度検討 | 100 |
| 5.4 まとめ                               | 102 |

参考文献

## 第 6 章 JIS2 号軽油中の 4 点曲げ疲労特性に及ぼす 燃料劣化の影響 105

|               |     |
|---------------|-----|
| 6.1 はじめに      | 105 |
| 6.2 実験方法      | 106 |
| 6.2.1 供試材     | 106 |
| 6.2.2 疲労試験    | 106 |
| 6.3 実験結果および考察 | 108 |
| 6.3.1 疲労試験結果  | 108 |

|                                      |                                 |     |
|--------------------------------------|---------------------------------|-----|
| 6.3.2                                | 破面, 表面観察結果                      | 110 |
| 6.3.3                                | 破壊起点別の $S-N$ 線図                 | 111 |
| 6.3.4                                | 粒界割れ面積を用いた $\Delta K_I$ による強度検討 | 114 |
| 6.4                                  | まとめ                             | 116 |
| 参考文献                                 |                                 |     |
| 第 7 章 含水バイオ燃料中における疲労強度低下の<br>推定メカニズム |                                 | 119 |
| 7.1                                  | はじめに                            | 119 |
| 7.2                                  | 強度低下の推定メカニズムと要因の絞り込み            | 120 |
| 7.2.1                                | 強度低下の推定メカニズム                    | 120 |
| 7.2.2                                | 粒界腐食                            | 122 |
| 7.2.3                                | 水素による粒界脆化                       | 123 |
| 7.3                                  | まとめ                             | 125 |
| 参考文献                                 |                                 |     |
| 第 8 章 結 論                            |                                 | 129 |
| 関連業績                                 |                                 | 133 |
| 謝辞                                   |                                 | 135 |

# 第 1 章

## 緒 論

### 1.1 研究背景

#### 1.1.1 ディーゼル車を取り巻く環境

自動車の動力源に用いられている内燃機関（エンジン）は、使用する燃料によってディーゼルエンジンとガソリンエンジンに分けられる。ディーゼルエンジンとガソリンエンジンの違いは、燃料と空気を混合するタイミングと、混合気体を爆発させる方法にある。ディーゼルエンジンの場合、空気のみを圧縮し高温になった時に、燃料をエンジン筒内へ噴射すると燃料は自発着火し燃焼する。それに対し、ガソリンエンジンの場合は、燃料と空気からなる混合気体が圧縮され、点火プラグの火花により混合気体は燃焼する。ディーゼルエンジンにおける空気、またはガソリンエンジンにおける混合気体の圧縮比が大きいほど熱効率は高くなる。ディーゼルエンジンは空気のみを圧縮するため、圧縮時に異常着火の心配がなくガソリンエンジンよりも圧縮比を高くすることができる。そのため、エネルギー効率がよく、また燃費が良いことから地球温暖化の原因である CO<sub>2</sub> の排出量も少ない。したがって、ディーゼルエンジンは化石燃料を最も効率よく活用できるエンジンとして近年注目されている[1,2]。一方、ディーゼルエンジンは機構上、拡散燃焼になるため均一燃焼が難しく黒煙や PM（Particulate Matter：粒状物質）が発生しやすい。また、燃焼室内が高温高压かつ空気過剰になりやすいため、NO<sub>x</sub>（Nitrogen Oxides：窒素酸化物）が排出ガス中に含まれ

るなどのデメリットがある。

ディーゼルエンジンが日本国内で乗用車の動力源として初めて適用されたのは1961年である。燃費の良さや耐久性に優れるなどの理由から当時は高く評価された[1]。しかし、高速で長時間走り続けることができる道路が欧州に比べ少ないため、ディーゼル車はそのメリットを十分に活かせず、また健康被害、環境汚染を及ぼす可能性があるPMやNO<sub>x</sub>を排出ガスに含むため、日本ではディーゼル車を排除する動きが高まっていった。国内におけるディーゼル車の普及は現在においても低迷しており、乗用車におけるディーゼル車の比率はわずか数%程度である[3]。

一方、欧州では1973年に起きた第一次オイルショックをきっかけに、燃費のよいディーゼル車のニーズが高まっていった[1]。また、排出ガス中のPMの発生源である燃料中の低硫黄化が進んだことに加え、後述するコモンレールシステムの開発によって、ディーゼル車の排出ガスは格段にクリーンになり、また性能面も従来に比べ大幅に向上した。そのため、ディーゼルエンジンは環境にやさしいクリーンなエンジンというイメージにより、近年、欧州では乗用車の約40%以上をディーゼル車が占めている[3]。そして、今後は欧州のみならず、BRICs等の新興国でもディーゼル車の普及が進むと予測されている。

ディーゼルエンジンのデメリットとして挙げた排出ガス中に含まれるPMとNO<sub>x</sub>はトレードオフの関係にあり、どちらかを減らすと必ずどちらかが増える。この問題を解決し性能、振動、騒音などの各方面で大幅な向上をもたらした革新的な技術がコモンレールシステムである[4-6]。コモンレールシステムの構成製品の写真をFig. 1.1に示す。コモンレールシステムは燃料を高圧にするサプライポンプ、高圧にした燃料を蓄えるコモンレール（蓄圧室）、燃料を噴射するインジェクタ（燃料噴射弁）からなる。エンジンの運転状況に応じて、コモンレールに常時高圧に蓄えた燃料をECU（Engine Control Unit：エンジンコントロールユニット）で制御してエンジン筒内に噴射する。そのため、コモンレールシステムによりエンジン回転数や負荷によらない噴射圧の「高圧化」が実現し、また電子制御による「多段噴射制御」が可能になった。高圧で燃料を噴射すると燃料の微粒化が進み、その結果、燃料と空気が触れ合う面積が増加して燃焼が促進し、排出ガス低減につながる。また、多段噴射制御により、1)パイロット、プレ噴射で騒音やNO<sub>x</sub>の原因となる急激な圧力や温度の上昇を抑制、2)メイン噴射でトルクを発生、そして3)アフター噴射で燃料の燃え残りを再燃焼させる



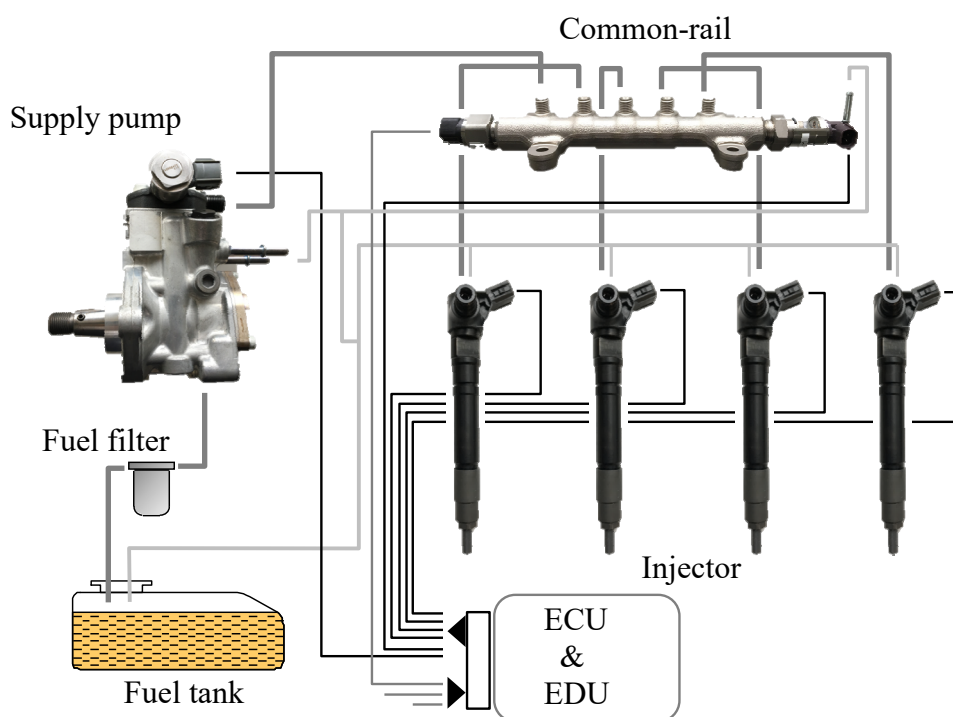


Fig. 1.1 Components of diesel common-rail system.

ことができ、その結果 PM の低減が可能になった。したがって、コモンレールシステムは排出ガス中の PM や  $\text{NO}_x$  の低減に加え、騒音低減や性能向上によりディーゼルエンジンの商品性向上にも大きく貢献している。このコモンレールシステムの燃料圧力は、年々厳しさを増す排出ガス規制（欧州においては 2017 年 9 月からは EURO6c が施工）に対応するため高圧化の傾向にあり、1995 年にコモンレールシステムが実用化された当初は 1200 気圧であったのが、現在では 2500 気圧を超える次世代コモンレールシステムの開発が進められている[7]。

一方、 $\text{CO}_2$  の排出削減、化石燃料の枯渇問題などを背景に、ディーゼル車に使用される燃料の多様化が進んでおり[8]、その中でも植物由来のバイオディーゼル燃料の利用が急速な広がりを見せている。軽油に添加されるバイオ燃料の主成分である FAME（Fatty Acid MethylEster：脂肪酸メチルエステル）には、大豆を原料とした SME（Soybean MethylEster：大豆メチルエステル）や、菜種を原料とした RME（Rapeseed MethylEster：菜種メチルエステル）などがある。FAME は植物由来の様々な不純物（酸、水分など）が意図せずに含有している場合があり、また大気中で酸化劣化することが

知られている[8,9]. 特に水の存在により FAME は加水分解反応をして酸化劣化が促進する. このようなバイオディーゼル燃料を含め, ディーゼル車に使用される燃料の品質は, 各国, 機関で独自のガイドライン[10]を制定し決められているが, 市場ではガイドラインから外れる品質の悪い燃料, 例えば酸が混入した燃料(粗悪燃料)も一部の地域で流通していることが確認されている.

バイオディーゼル燃料(多様化)や粗悪燃料(粗悪化)のような代替燃料の使用が今後加速する中, それによって生じる懸念事項の一つが材料強度の低下である. すなわち, 水分などの不純物を含有していたり, 酸化が進行した代替燃料を使用すると, 燃料に曝されるコモンレールシステムの部品は腐食環境で使用されることになるため, 腐食の影響により強度が低下する. 先述したように, コモンレールシステム圧は年々高圧化の傾向にあるため, Fig. 1.2 に示すストレス-ストレングスモデルから, 材料強度(ストレングス)の低下と高圧化による部品への負荷(ストレス)の増加で部品の強度安全率は低下し, 最悪部品が破損する恐れがある. コモンレールシステムは高圧の燃料が製品内を流れているため, 部品が破損し燃料が漏洩した際は大事故に直結する. そのため, この代替燃料の使用による材料強度の低下は大変重要な問題である.

材料強度の低下によって生じる部品の強度課題を, コモンレールシステムの構成製品であるインジェクタを一例に挙げて以下に示す. インジェクタの断面写真を Fig. 1.3 に示す. 高圧燃料が流れるインジェクタの部品であるロアボデーの鋼材には, 耐圧強度を確保するためビッカース硬度  $HV$  が 700 程度の浸炭焼入れ鋼や軸受鋼などの高強

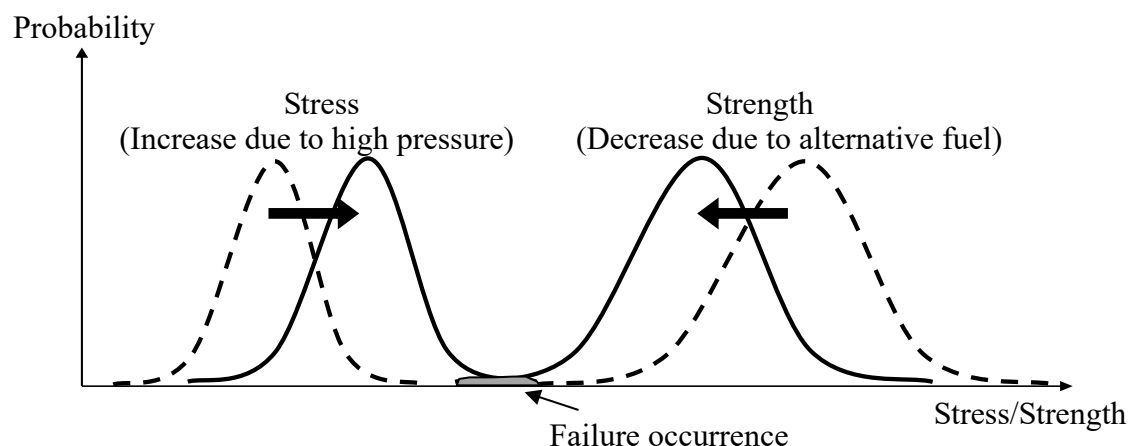


Fig. 1.2 Stress-Strength model.

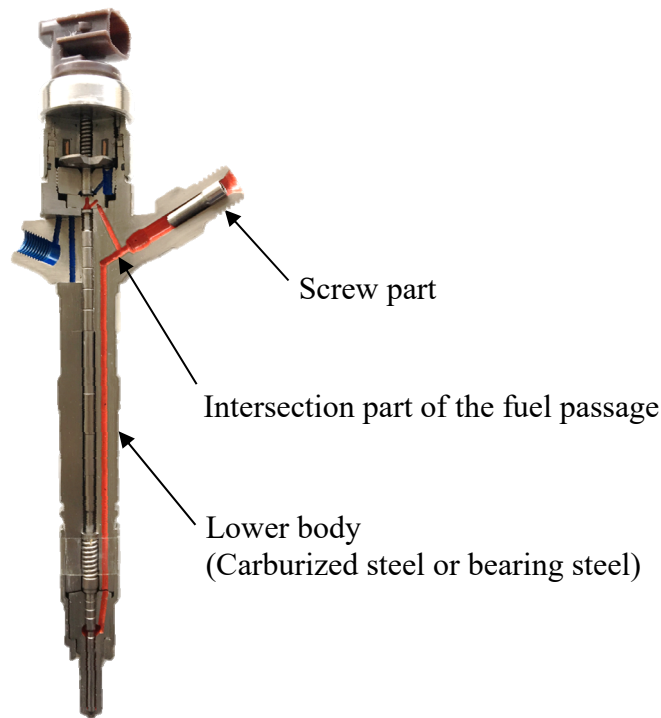


Fig. 1.3 Cross section photo of injector which is a component for common-rail system.

度鋼が使われている．ロアボデーの構造として，サプライポンプやコモンレールの製品同士を配管で接続するため，ロアボデーにはねじ部が設けてある．また，ロアボデー内部には高圧燃料が流れる燃料通路孔が交差しながら加工されている．コモンレールシステム圧の高圧化に伴い，ねじ部においては十分なシール性を確保し燃料漏れを防ぐために，ねじの締付荷重は増加傾向にある．したがって，ねじ部には高い静的の引張応力が発生する．また，ロアボデー内部の燃料通路孔には燃料の内圧により引張応力が発生し，特に交差部には応力集中により最も高い引張応力がエンジン回転数や負荷に応じて繰返し発生する．この応力もコモンレールシステム圧の高圧化に伴い増加傾向にある．ここに代替燃料を使用することによる腐食環境の影響が加わると，燃料起因の材料強度の低下により，ねじ部では割れの発生が，そして燃料通路孔の交差部では疲労破壊の発生が懸念される．

部品の破損を未然に防止するためには，設計段階で部品に発生する応力（ストレス）と部品の材料強度（ストレングス）を基に，懸念箇所の安全率を十分に確保し強度保証を行う必要がある．そのため代替燃料の使用による材料強度の低下が原因で部品不

具合が起きないようにするには、代替燃料中における「静的強度」（本研究では、一定の引張応力に対する材料強度を静的強度と呼ぶことにする）と「疲労強度」を明確にし、部品設計に反映することが非常に重要である。また、将来的には多種多様な燃料中でコモンレールシステムの部品が使われることが想定される中、その都度破壊までの寿命を評価して強度を取得する手順を取ると、多くの時間と工数を要する。そのため、寿命に関わる要因を定量的に把握し燃料中の強度予測手法を確立することが必要である。さらには強度低下のメカニズムを明らかにし、メカニズムに基づいて耐燃料腐食に優れた材料開発を行っていくことが求められる。

### 1.1.2 静的強度に対する環境の影響と評価手法

静的強度に対する環境の影響として、ある腐食環境中で部品に引張応力が作用した時、引張応力が静的強度以下であっても腐食環境と相まって割れが起きることがある。この静的強度が著しく低下し割れが起きる現象は、電気化学的な腐食反応がベースにあり、主に次の2つに分けられる。1つ目がアノード溶解によって割れが進行する応力腐食割れで、2つ目がカソード反応によって生じた水素が鋼材に侵入し、脆化して割れが起きる遅れ破壊である[11,12]。ともに使用環境中で起きる腐食に基づく現象であるため、バイオディーゼル燃料や粗悪燃料のような腐食が懸念される代替燃料中でも、同様の現象が起きることが予測される。

応力腐食割れと遅れ破壊の試験に関しては、これまで多くの研究報告がある[11-28]。応力腐食割れに関しては、その発生原理に基づいて、試験片に一定応力を負荷し腐食環境下に置くことにより行われる。そして、応力腐食割れの感受性の大きさは試験片の破断時間までの長短で評価されることが多い[11]。例えば、横堀ら[13]はクロムモリブデン鋼の板状試験片に対し片持ばり式試験機で一定荷重を負荷し3.5% NaCl水溶液中に浸漬し、応力腐食割れの下限界応力拡大係数を破断時間で評価している。また、山田ら[14]は高張力鋼のCT試験片に定荷重を負荷し3.5% NaCl水溶液中に浸漬し、応力腐食割れの感受性と強度、靱性値との関係性について報告している。

一方、遅れ破壊に関しては鋼材中の水素に起因した破壊である。そのため、鋼材に侵入した水素量が遅れ破壊を起こさない許容限界水素量を超えると破壊が起きると考えられている[18,20]。遅れ破壊特性はSSRT（Slow Strain Rate Test：低ひずみ速度引

張試験)試験や定荷重試験など[16-28]で、ある特定の水素量における破断応力、延性パラメータ、破断時間などを求める評価が行われている。例えば、SSRT 試験を用いた評価としては、大村ら[16]はオーステナイト系ステンレス鋼に対しチオ尿素溶液を用いて陰極チャージで水素を吸蔵させ、破断伸びと絞りに及ぼす水素量の影響を評価している。また、定荷重試験を用いた評価としては、高井ら[19]は高強度鋼に対し、20% チオシアン酸アンモニウム水溶液中で定引張荷重を加える FIP 法[28]で試験を行い、添加元素の遅れ破壊特性の差異を破断時間で評価している。そして、遅れ破壊のメカニズムを明らかにするため、鋼材中の水素拡散係数や水素の存在状態から、鋼材中の水素の拡散過程におけるトラップ状態を検討した報告[19,26]もある。

上述のように、応力腐食割れや遅れ破壊試験における試験片形状や応力負荷方法は様々ある。それに加えて使用環境を模擬する条件として応力腐食割れに関しては試験溶液や浸漬方法（連続浸漬，交互浸漬など）[11]，また遅れ破壊に関しては水素を吸蔵させるために用いる溶液や吸蔵方法も様々ある。したがって、これらの試験条件の組み合わせは多岐にわたり、目的に合った条件，すなわち想定する負荷形態や使用環境を模擬した条件で評価を行う必要がある。しかし、これまでに報告されている応力腐食割れや遅れ破壊に関する研究は、いずれも大気腐食，高温水，高硫黄分を含む天然ガスなどの腐食環境を想定した評価である。したがって，コモンレールシステムの部品の使用環境を想定し，燃料の鋼材への影響を模擬した応力腐食割れや遅れ破壊試験は行われておらず，その静的強度は明確になっていない。

また，遅れ破壊特性を評価する中で，山崎ら[20]は許容限界水素量だけでは使用環境における鋼材の遅れ破壊特性を評価することは困難であり，使用環境で腐食によって侵入する水素量を総合的に評価することが重要であると指摘している。このことから，燃料中の静的強度に関係する全ての要因を総合的に評価し，強度低下の主要因や寄与度を明らかにすることが先ず重要といえる。そのためには，燃料中を想定した応力腐食割れや遅れ破壊試験を行うのではなく，実際のコモンレールシステムの使用環境である燃料中で評価を行う必要がある。しかし，コモンレールシステムの部品の使用環境である燃料中で，浸炭焼入れ鋼や軸受鋼などの高強度鋼の静的強度を直接評価した研究例は見当たらない。そして，燃料中で静的強度を評価する手法も確立されていない。

したがって，ディーゼル車に使用される代替燃料中の静的強度を明確にするには，

先ず燃料中で静的強度を評価できる手法を新規に開発する必要がある。そして、開発した手法が燃料中の静的強度評価手法として妥当であることを確認した上で、高強度鋼の代替燃料中における静的強度を明確にし、強度低下のメカニズムを解明する必要がある。

### 1.1.3 疲労強度に対する環境の影響と評価手法

コモンレールシステムの部品におけるもう一つの強度課題である、代替燃料中の疲労強度に関して、一般的に鋼材が使用環境（ガス、水溶液、油、熔融塩など）の影響を受けて大気中の疲労強度よりも低下する現象を腐食疲労と呼ぶ[29]。腐食疲労は環境因子（酸素、水分、温度、pH など）、力学的因子（平均応力、繰返し速度、試験時間など）、材料因子（組成、組織、熱処理など）の3因子が複雑に絡む時間依存の現象で、それぞれの因子が腐食疲労強度に及ぼす影響度は、組合せにより異なる[29-31]。Fig. 1.4 に高強度鋼の  $S-N$  線図のイメージ図を示す。大気中の疲労試験では、表面のすべり帯を起点とする場合、 $10^7$  サイクル程度の繰返し数で疲労限度が現れる。しかし、使用環境の影響を受けると疲労強度は低下し続け、長寿命側で水平部が現れず疲労限度が認められないのが特徴である。

使用環境が疲労強度に与える影響を評価したこれまでの研究[32-46]の中で、潤滑油やグリースに関しては、皮籠石ら[37-40]は炭素鋼や Al 合金に対し、滴下式の回転曲げ疲労試験機やねじり疲労試験機を用いて、潤滑油のくさび効果による疲労き裂進展抑制効果や、潤滑に起因したき裂進展の加速を明らかにしている。西谷ら[41,42]は炭素鋼に対し、潤滑油の滴下式の回転曲げ疲労試験を行い、微小表面き裂の挙動やき裂進展速度への潤滑油の影響を明らかにしている。同様に滴下式の回転曲げ疲労試験で鋳鉄や炭素鋼に対し疲労き裂進展へのグリースや潤滑油の粘度の違いによる影響に着目した研究[43,44]も行われている。潤滑油やグリースに関する研究結果はこれまでに多く報告されており、油の種類によって疲労強度に与える影響は複雑であることが分かる。これは燃料に対しても共通していえと予測でき、製品に使用される代替燃料を直接用いて疲労強度に対する影響を検討する必要がある。

一方、燃料に関する研究としては、Schmid ら[45]はガソリンエンジンのインジェクタ材料として使用されているステンレス鋼に対し、E85（エタノール 85 %含有ガソリ

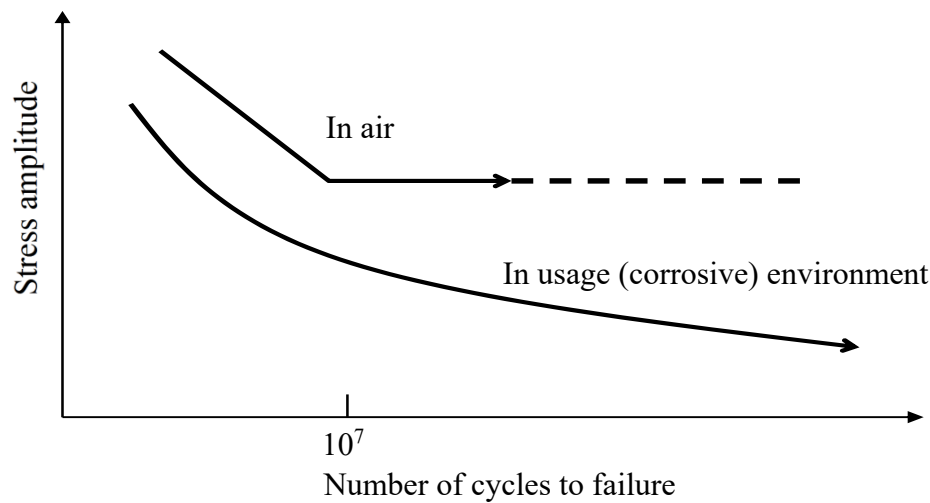


Fig. 1.4 Schematic view of *S-N* diagram in air and in usage (corrosive) environment.

ン) 中で引張圧縮疲労試験を行い, E85 中におけるステンレス鋼の疲労特性を明らかにしている. また, 皮籠石ら[46]はエンジンのシリンダー用材料として検討されている Al 合金に対し, 滴下式の回転曲げ疲労試験機を用いて疲労強度に対するバイオディーゼル燃料の影響について報告している. その中でバイオディーゼル燃料の吸水性による腐食作用で, き裂進展が早まり疲労強度が低下することを明らかにしている. しかし, 燃料の影響に関する研究報告は潤滑油やグリースに比べ少なく, その中でもバイオディーゼル燃料に関する研究は, 上記の皮籠石ら[46]の研究以外見当たらない. したがって, コモンレールシステムの部品に使用されている浸炭焼入れ鋼や軸受鋼などの高強度鋼に対し, ディーゼル車に使用される代替燃料の影響を把握した研究例は見当たらず, その疲労強度は明確になっていない.

そこで, 代替燃料が疲労強度に与える影響を評価するに当たり, 先ず部品の使用環境を評価環境として作り出す方法を決めなければいけない. 使用環境が液体中(燃料中)か気体中かによって異なるが, 液体中の場合は, 主に以下の 2 つの方法がある. 1 つ目が液体を試験片に滴下する液体滴下式[35,37-44,46], そして 2 つ目が液体に試験片を浸漬させる液体浸漬式[36,45]である. 燃料に関する評価[45,46]としては, 先述したように, 液体滴下式と液体浸漬式の両パターンで行われている. 遠藤ら[47]は潤滑油の疲労強度に対する影響を評価した中で, 試験片を潤滑油中に浸漬させた場合と,

試験片に潤滑油を滴下した場合とで、潤滑油のき裂内への侵入性が変わり疲労強度に差が見られたことを報告している。すなわち、使用環境を作り出す方法が異なると、鋼材へ及ぼす影響も異なることを報告している。耐圧強度が必要となるコモンレールシステムの部品は、常に燃料に曝されており、燃料の内圧により引張応力が繰返し発生する環境にある。このことから、コモンレールシステムの部品の疲労強度を正確に把握するためには、「燃料中」で「応力比  $R > 0$  の片振り」の疲労試験を行う必要があるといえる。しかし、燃料の疲労強度に対する影響を検討した過去の研究[45,46]では、燃料中で片振り疲労試験は行われていない。したがって、この方法による燃料中の疲労強度評価手法はまだ確立されていない。

一方、部品設計で必要となる長寿命側の疲労強度は、Fig. 1.4 で示したように使用環境の影響を受けると明確な疲労限度が現れず低下し続ける。 $10^7$  サイクルを超える領域における破壊形態として、大気中湿度や食塩水などの影響を受けた時は、これまでの研究[34,36,48,49]から腐食ピットが起点となり、き裂が成長することが報告されている。これを基に、近藤[50]や村上[51]は腐食ピット成長に基づく寿命予測式や、腐食ピットサイズを用いた  $10^7$  サイクルの疲労強度の予測方法を提案している。しかし、環境、力学、材料の3因子の組合せで腐食疲労の破壊メカニズムは様々で、必ずしも破壊起点が腐食ピットになるとは限らない。そのため燃料中の疲労強度を予測するには、使用環境の破壊形態の明確化、すなわち製品の使用環境である燃料中における強度低下原因や、その原因となるパラメータの変化量を明確にすることが求められる。

したがって、ディーゼル車に使用される代替燃料中の疲労強度を明確にし、さらに燃料中の強度予測手法を確立するためには、破壊現象を正確に再現する上で、先ず使用環境や負荷形態を模擬した燃料中の片振り疲労強度評価手法を新規に開発する必要がある。そして、その評価手法を用いて、部品に使用されている高強度鋼の代替燃料中における疲労強度を明確にし、破壊形態、強度低下の原因、強度低下メカニズムを解明していかなければいけない。



## 1.2 本研究での取り組み

前節では、ディーゼル車を取り巻く環境変化として、年々厳しくなる排出ガス規制に対応すべくコモンレールシステム圧の高圧化が進められていることと、CO<sub>2</sub>の排出削減、化石燃料の枯渇問題を背景にバイオディーゼル燃料の利用が拡大していることを述べた。バイオディーゼル燃料は酸化や加水分解により有機酸が発生することが知られており、また新興国等では水や酸が混入した粗悪燃料の使用も確認されている。このような多様化・粗悪化した代替燃料に曝されるコモンレールシステムの部品は、腐食環境で使用されることになるため、高圧化と相まって部品のねじ部や燃料通路孔の交差部では静的破壊や疲労破壊の発生が懸念されることを述べた。さらに、部品の強度保証を行うためには、使用環境である燃料中の強度特性を部品設計に反映する必要があるが、コモンレールシステムの部品に使用されている高強度鋼の静的強度と疲労強度を、燃料中で直接把握した研究例はなく、またその強度評価手法も確立されていないことを示した。

そこで、多様化・粗悪化した代替燃料中で使用されるコモンレールシステムの部品の強度保証を行うことを研究目的として、本研究では先ず部品の使用環境である燃料中の強度評価手法を確立する。確立した評価手法を用いて、代替燃料であるバイオディーゼル燃料中の静的強度と疲労強度を取得する。そして、強度予測手法の確立や耐燃料腐食に優れた材料開発の指針出しに繋げるため、強度低下原因と強度低下メカニズムの検討を行うことにする。全体の取り組み内容の概略図を Fig. 1.5 に示す。

使用環境を模擬できる評価設備を作製するため、静的強度に関しては密閉空間の燃料中で丸棒試験片に一定の引張荷重を負荷できる評価設備を、疲労強度に関しては密閉空間の燃料中で板状試験片に片振りの繰返し荷重を負荷できる4点曲げの疲労強度評価設備を開発する。設備の材質には、燃料に曝される箇所は耐食性、耐膨潤性、耐熱性のあるものを使用し、また密閉空間で試験が行えるように治具同士のシール箇所にはOリングを、可動部分にはベローズ構造を用いる。

開発した評価設備が燃料中の強度評価手法として妥当であるか検証するため、静的強度評価設備に関しては、開発した設備で求めた静的強度と、ねじ締結構造体を燃料に浸漬させ、ねじ底に割れが発生する時のねじ底の応力を比較することで妥当性を検証する。また疲労強度評価設備に関しては、試験片表面に発生するひずみを燃料中で

実測し、負荷荷重から算出したひずみと比較することで、狙い通りの応力を負荷することができるか検証する。確立した評価手法を用いて、コモンレールシステムの部品の使用条件に揃えた評価条件で試験を行うため、試験時の燃料温度はコモンレールシステムの製品使用時の燃料温度とし、燃料性状は市場の燃料性状と同等に安定的に保った状態とする。

本研究では、粗悪燃料を想定してバイオディーゼル燃料に蒸留水を加えた燃料（以下、含水バイオ燃料と称す）中の静的強度と疲労強度を取得する。供試材はコモンレールシステムの部品に使用されているクロムモリブデン鋼 SCM415（浸炭焼入れ鋼）で、真空浸炭の熱処理を施し試験に使用する。真空浸炭の熱処理を施すと、試験片表面から炭素が浸炭、拡散し、表面近傍は焼入れ硬化する。しかし、炭素濃度の高い表面から濃度の低い試験片内部になるにつれ、硬度も低下し分布を持つことになる。丸

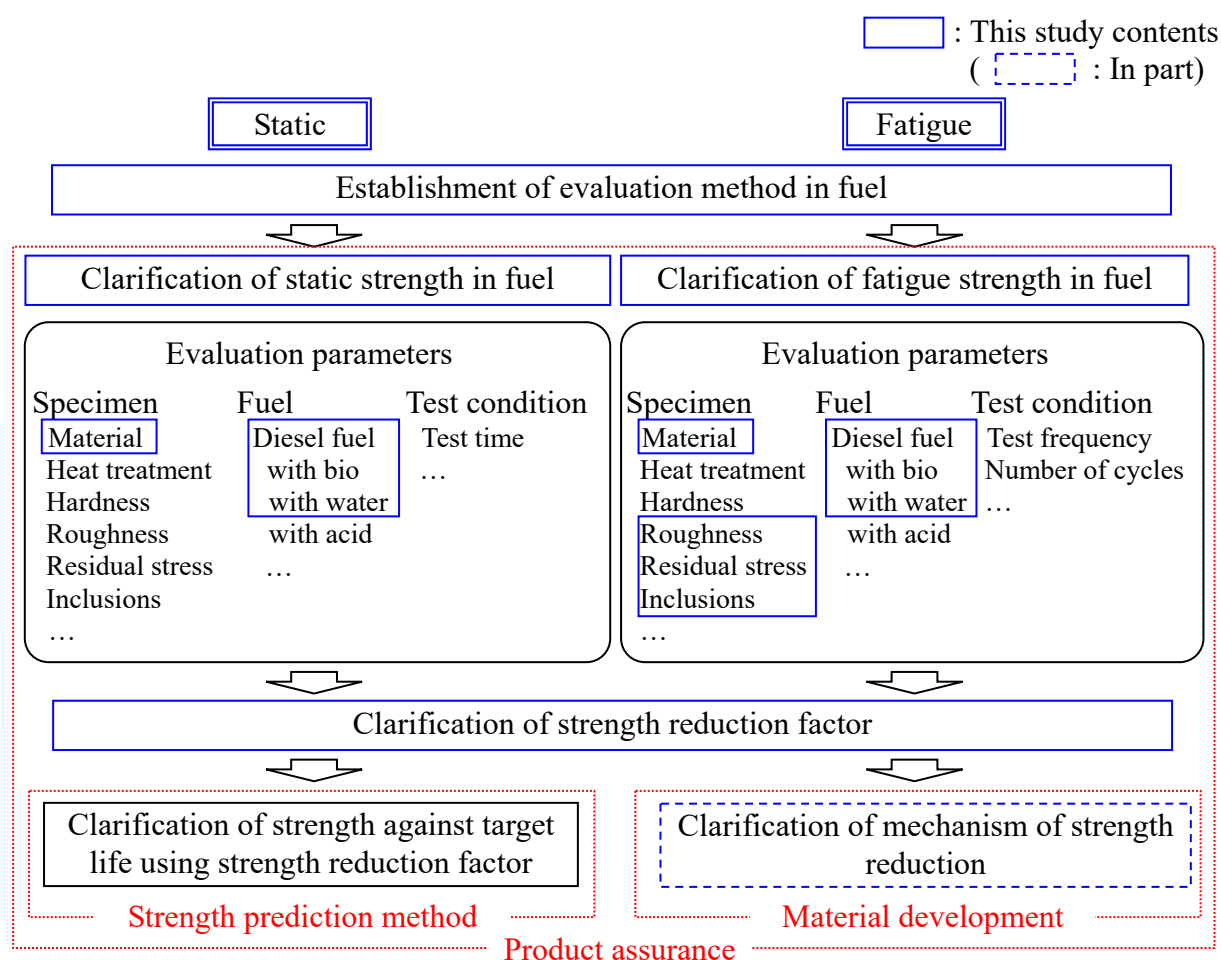


Fig. 1.5 Schematic view of this study contents.

棒試験片を用いる静的強度の評価については、試験片断面で硬度分布があると、破断応力を正確に把握することができないという問題が生じる。そのため、丸棒試験片の形状を中実ではなく中空にし、試験片の内外表面から炭素を浸炭、拡散させることで真空浸炭の熱処理による硬度分布をなくした試験片を作製する。作製した中空の丸棒試験片に負荷した応力と、試験片を含水バイオ燃料に浸漬させてから破断するまでに要した時間との関係から、含水バイオ燃料中の静的強度を求める。そして、室温大気中で取得した引張強度と比較する。

続いて、燃料中の疲労強度評価については、真空浸炭の熱処理を施した板状試験片を用いて応力比  $R = 0.05$  の疲労試験を行い  $S-N$  線図を取得する。疲労試験は大気中と日本工業規格を満たした市販されている JIS2 号軽油中（以下、JIS2 と称す）でも行い、含水バイオ燃料中の結果と比較する。また、試験片の表面性状（残留応力、表面粗さ）、添加元素ビスマス（Bi）、そして燃料の劣化度合いが疲労強度に及ぼす影響を把握するため、各評価パラメータのみを変更した条件でも疲労試験を行う。

静的強度と疲労強度の評価ともに、試験後の破断面や表面を SEM (Scanning Electron Microscope：走査型電子顕微鏡) や EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy：エネルギー分散型 X 線分光法) で観察と分析をし、得られた結果とバイオ燃料による腐食の影響などを総合的に勘案し、1)含水バイオ燃料中における強度低下原因、2)評価パラメータが強度に及ぼす影響、そして 3)強度低下のメカニズムを検討する。

## 1.3 本論文の構成

本論文の構成を次に示す.

まず, 第2章では, コモンレールシステムの部品の使用環境である燃料中で静的強度を評価できる設備を開発し, その評価手法の妥当性を検証する. そして, 確立した評価手法を用いて, 粗悪燃料を想定した含水バイオ燃料中における浸炭焼入れ鋼 SCM415 の静的強度を取得し, 大気中で取得した引張強度との差の原因を, 試験後に破面と表面を観察し検討する.

続いて, 第3章では, 燃料中で疲労強度を評価できる設備を開発し, その評価手法の妥当性を検証する. そして, 確立した評価手法を用いて含水バイオ燃料中における SCM415 の疲労強度を取得し, 大気中および JIS2 中で取得した疲労強度との差の原因を, 起点部の破壊形態の違いに着目し検討する.

第4章では, 第3章で確立した燃料中の疲労強度評価手法を用いて (第5章, 第6章も同様), SCM415 の試験片表面に施した研磨による含水バイオ燃料中の疲労強度向上効果を検討する. 試験片表面の研磨有無の違いによる疲労強度差を明確にし, 研磨を施したことにより生じた残留応力と表面粗さの違いが, 含水バイオ燃料中の疲労強度に及ぼす影響を明らかにする. また, 研磨を施した試験片の含水バイオ燃料中における疲労強度低下の原因を起点部の破壊形態に着目し検討する.

第5章では, SCM415 の添加元素 Bi が含水バイオ燃料中の疲労強度に及ぼす影響を検討する. Bi の添加有無の疲労強度差を明確にし, 起点部の破壊形態の違いから Bi が含水バイオ燃料中の疲労強度に及ぼす影響を検討する. また, Bi を添加していない試験片の含水バイオ燃料中における強度低下原因を, 第3章や第4章と同様に起点部の破壊形態に着目し検討する.

第6章では, 劣化した JIS2 中で疲労試験を行い, 燃料の劣化度合い (全酸価) が SCM415 の疲労強度に及ぼす影響を検討する. また, 含水バイオ燃料中の疲労強度低下との関係を燃料の全酸価に着目し検討する.

第7章では, 第3章から第6章で得られた SCM415 の燃料中の疲労試験結果を基に, 含水バイオ燃料中における疲労強度低下のメカニズムを推定し, 疲労強度低下原因の要因の絞り込みを行う.

最後に, 第8章において本論文の結論を述べる.

## 参考文献

- [1] 小川英之, 清水和夫, 金谷年展, 2004, “ディーゼルこそが地球を救う”, ダイアモンド社.
- [2] T. Fujikawa, “The Reviewing Diesel Engine”, Bulletin of the Nagasaki Institute of Applied Science, Vol. 46, No. 1, pp. 23-32 (2005).
- [3] 国土交通省, 2008\_07\_31, “クリーンディーゼル普及推進方策”.
- [4] T. Yoda, “An Advanced Diesel Common Rail System for Achieving a Better Balance between Ecology and Economy”, Denso technical review, Vol. 14, pp. 30-35 (2009).
- [5] A. Kojima, T. Kikutani, S. Yahata and K. Date, “New Solutions for a Globalization-Oriented Diesel FIE -Strategy for Diversified Fuels-”, Transaction of Society of Automotive Engineers of Japan, Vol. 45, No. 4, pp. 633-638 (2014).
- [6] T. Yoda, “Reduction of Diesel Combustion Noise by Controlling Fuel Injection”, Denso technical review, Vol. 15, pp. 110-114 (2010).
- [7] A. Kojima, K. Uchiyama, M. Mashida, K. Date, Y. Horiuchi, O. Herrmann and H. Laumen “Evolution for Diesel Fuel Injection System -The New World by Ultra High Pressure Injection-”, Denso technical review, Vol. 19, pp. 179-186 (2014).
- [8] Y. Yoshimoto and E. Kinoshita, “Applied Technology of Vegetable Oils for Diesel Engines -Use of Biodiesel Fuel”, Journal of the Combustion Society of Japan, Vol. 51, No. 156, pp. 121-128 (2009).
- [9] K. Yamane, “Effect of Antioxidants on Biodiesel Fuel”, Japan Oils Chemists’ Society, Vol. 12, No. 5, pp. 189-195 (2015).
- [10] 国土交通省, 2009\_02\_09ver1.0, “高濃度バイオディーゼル燃料等の使用による車両不具合防止のためのガイドライン”.
- [11] Y. Kojima and T. Takahashi, “Test Methods for Estimating the Stress Corrosion Susceptibility of High Strength Aluminum Alloys”, Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 26, No. 9, pp. 473-491 (1976).
- [12] I. Matsushima, “Stress Corrosion Cracking of Carbon and Low-Alloy Steels”, Tetsu-to-Hagané, Vol. 60, No. 3, pp. 410-426 (1974).
- [13] T. Yokobori, H. Kuwano and H. Takizawa, “Comparative Studies on Stress Corrosion

- Cracking and Corrosion Fatigue in Cr-Mo-Steel”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 47, No. 419, pp. 689-697 (1981).
- [14] S. Yamada, H. Matsumura, T. Ikeda and N. Takasugi, “Stress Corrosion Cracking of High Strength Steel for Pressure Hull of Deep Submersible Vehicle”, Journal of the Society of Naval Architects of Japan, No. 150, pp. 541-549 (1981).
- [15] Y. Hagihara, T. Oba, N. Hisamori, H. Suzuki and K. Takai, “Effect of Plastic Strain and Preloading on Delayed Characteristics of High Strength Steel”, Tetsu-to-Hagané, Vol. 97, No. 12, pp. 623-630 (2011).
- [16] T. Omura, K. Kobayashi, M. Miyahara and T. Kudo, “Effect of Surface Hydrogen Contents on Hydrogen Embrittlement Properties of Stainless Steels”, Zairyo-to-Kankyo, Vol. 55, No. 12, pp. 537-543 (2006).
- [17] T. Tarui and, S. Yamasaki, “Evaluation Method of Delayed Fracture Property and Overcoming Techniques of Delayed Fracture of High Strength Steels”, Tetsu-to-Hagané, Vol. 88, No. 10, pp. 612-619 (2002).
- [18] N. Suzuki, N. Ishii, T. Miyagawa and H. Harada, “Estimation of Delayed Fracture Property of Steels”, Tetsu-to-Hagané, Vol. 79, No. 2, pp. 227-232 (1993).
- [19] K. Takai, J. Seki, E. Sakita and K. Takayama, “Effect of Si and Ca Addition on Delayed Fracture of High-Strength Steels”, Tetsu-to-Hagané, Vol. 79, No. 6, pp. 685-691 (1993).
- [20] S. Yamasaki and T. Takahashi, “Evaluation Method of Delayed Fracture Property of High Strength Steels”, Tetsu-to-Hagané, Vol. 83, No. 7, pp. 454-459 (1997).
- [21] H. Kayakabe, H. Kobayashi, K. Hirano and H. Nakazawa, “The Influence of Hydrogen on Fracture Toughness of High Strength Steels”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 46, No. 412, pp. 1360-1368 (1980).
- [22] S. Matsuyama, “Delayed Fracture of High Strength Steels”, Tetsu-to-Hagané, Vol. 80, No. 9, pp. 679-684 (1994).
- [23] S. Yamamoto, “Delayed Fracture”, Tetsu-to-Hagané, Vol. 55, No. 4, pp. 326-337 (1969).
- [24] A. Kimura and H. Kimura, “Effect of Carbon on the Hydrogen Induced Grain Boundary Fracture in Iron”, Journal of the Japan Institute of Metals, Vol. 47, No. 10,

- pp. 807-813 (1983).
- [25] T. Shiraga, “Hydrogen Embrittlement of Steel”, *Zairyo-to-Kankyo*, Vol. 60, No. 5, pp. 236-240 (2011).
- [26] H. Ikeda, “Hydrogen Embrittlement of High Strength Martensitic Stainless Steels”, *Sanyo Technical Report*, Vol. 9, No.1, pp. 50-58 (2002).
- [27] K. Komai, M. Nakamura and K. Endo, “Relation between Crack Growth Rate and Hydrogen Supply under Sustained and Cyclic-Loads in High-Strength Steel”, *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol. 30, No.337, pp. 995-1000 (2009).
- [28] K. Suehiro, E. Yamashita, S. Mizoguchi, M. Tanimura and T. Shimada, “Examination of Delayed Fracture Tests on Prestressing Steels”, *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol. 32, No.353, pp. 222-228 (2009).
- [29] 日本材料学会 フラクトグラフィ部門委員会, “フラクトグラフィ 破面と破壊情報解析”, 丸善株式会社, pp.177-193 (2000).
- [30] 日本材料学会, “疲労設計便覧”, 株式会社養賢堂, pp.241-285 (2005).
- [31] R. Ebara, T. Kai, K. Inoue and I. Masumoto, “Fractographic Analysis of Corrosion Fatigue Cracking of 13 Cr Stainless Steel in NaCl Aqueous Solution”, *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol. 43, No.490, pp. 64-68 (1994).
- [32] M. Nakajima, K. Tokaji, T. Shimizu, H. Itoga and H. Ko, “Step-Wise *S-N* Curve Assisted by Humidity in a High Strength Steel”, *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol. 50, No.9, pp. 954-960 (2001).
- [33] K. Asami and H. Wang, “Acceleration Effect with Moisture in Air on Fatigue Crack Propagation of High Strength Steel”, *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol. 43, No.489, pp. 659-665 (1994).
- [34] Y. Sugiyama and N. Fukuda, “Influencing Factors on Fatigue Crack Propagation of High Strength Steel in Air”, *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol. 45, No.8, pp. 933-938 (1996).
- [35] K. Endo, K. Komai and Y. Suzuki, “Influences of Stress Cycle Frequency on Propagation of Corrosion Fatigue Cracks”, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers*, Vol. 40, No. 333, pp. 1262-1270 (1974).
- [36] T. Misawa, “Relation between Solution pH and Corrosion Fatigue Strength of Low

- Carbon Steel”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 26, No.281, pp. 172-178 (1976).
- [37] N. Kawagoishi and H. Nisitani, “Effect of Oil Environment on Fatigue Strength of Specimen with Circumferential Notch (Rotating Bending and Torsion)”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 54, No. 504, pp.1489-1494 (1988).
- [38] N. Kawagoishi and H. Nisitani, “Relation between Fatigue Strength and Crack Morphology of Age-Hardened Al Alloys in an Oil Environment”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 55, No. 512, pp. 703-709 (1989).
- [39] N. Kawagoishi and H. Nisitani, “Effect of Oil Environment on Fatigue Strength of Plain Specimen under Torsional Loading (Cases of an Annealed Carbon Steel and an Age-Hardened Al-Alloy)”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 53, No. 496, pp. 2248-2254 (1987).
- [40] N. Kawagoishi, H. Nisitani, S. Yamada, N. Miyagi and S. Tanaka, “Characteristics of Fatigue Crack Growth of Extruded Aluminum Alloy in Oil Environment”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 60, No. 577, pp. 2037-2041 (1994).
- [41] H. Nisitani and N. Kawagoishi, “Effect of Oil Environment on Fatigue Limit of Annealed 0.42 % C Steel Specimen with a Small Hole”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 52, No. 484, pp. 2561-2565 (1986).
- [42] H. Nisitani and N. Kawagoishi, “Small Fatigue Crack Initiation and Propagation of Annealed 0.42 % C Steel in Oil”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 52, No. 477, pp. 1264-1268 (1986).
- [43] S. Doi, K. Mitsunaga, K. Matsufuji and T. Hiroyasu, “Effect of Oil Environment on Fatigue Strength of Austempered Ductile Cast Iron”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 61, No. 590, pp. 2115-2119 (1995).
- [44] M. Goto, H. Nisitani, H. Miyagawa and Y. Yanagawa, “Relation between Fatigue Behavior in Oil Environment and Viscosity of Oil (Rotating Bending of 0.34 % C Steel Plain Specimens)”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers,



- Series A, Vol. 54, No. 499, pp. 497-502 (1988).
- [45] S. Schmid, M. Hahn, S. Isler, M. Bacher-Hoechst, Y. Furuya, A. Mehner, H. Bomas and H.-W. Zoch, “Effect of Frequency and Biofuel E85 on Very High Cycle Fatigue Behavior of the High Strength Steel X90CrMoV18”, *International Journal of Fatigue*, Vol. 60, pp. 90-100 (2014).
- [46] N. Kawagoishi, Y. Maeda, E. Kinoshita, K. Hayashi, H. Maeda and K. Kariya, “Effect of Biodiesel Fuel on a Fatigue Crack Growth Behavior of Al Cast Alloy”, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 78, No. 796, pp. 1602-1609 (2012).
- [47] K. Endo, T. Okada, K. Komai and M. Kiyota, “Fatigue Crack Propagation of Steel in Oil”, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers*, Vol. 38, No. 307, pp. 452-458 (1972).
- [48] R. Ebara, “Current Status and Future Problems on Corrosion Fatigue Research of Structural Materials”, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 59, No. 557, pp. 1-11 (1993).
- [49] S. Ishihara, K. Shiozawa, K. Miyao and M. Inoue, “Effects of Fluid Rate and Stress Amplitude on the Initiation and Growth Behavior of Corrosion Pits on an Annealed Carbon Steel”, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 57, No. 540, pp. 1775-1781 (1991).
- [50] Y. Kondo, “Prediction Method of Corrosion Fatigue Crack Initiation Life Based on Corrosion Pit Growth Mechanism”, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 53, No. 495, pp. 1983-1987 (1987).
- [51] Y. Murakami, “Metal Fatigue: Effect of Small Defects and Nonmetallic Inclusions”, Yokendo Ltd, (1993).



## 第 2 章

# 燃料中の静的強度評価手法の確立 および含水バイオ燃料中の強度特性

### 2.1 はじめに

排出ガス低減の目的から、ディーゼル車のコモンレールシステム圧の高圧化が進められている[1]。一方、ディーゼル車への利用が拡大しているバイオディーゼル燃料は[2]、酸化劣化により有機酸が発生し[3,4]、また新興国等では水や酸が混入した粗悪燃料の使用も確認されている。このような多様化・粗悪化した燃料に曝されるコモンレールシステムの部品は腐食環境で使用されることになるため、先述したコモンレールシステム圧の高圧化と相まって、高応力が発生する部品のねじ部や燃料通路孔の交差部では、静的破壊や疲労破壊の発生が懸念される。したがって多様化・粗悪化した燃料中における静的強度と疲労強度を明確にし、コモンレールシステムの部品設計に反映していく必要がある。

燃料中の部品強度を明確にするには、使用環境である燃料中で評価を行う必要がある。しかし、第 1 章で述べたように、これまでコモンレールシステムの部品に使用されている浸炭焼入れ鋼や軸受鋼などの高強度鋼に対し、部品の使用環境である燃料中で静的強度と疲労強度を把握した研究例はない。

そこで本章では、粗悪燃料を想定した含水バイオ燃料中における浸炭焼入れ鋼 SCM415 の静的強度を明確にし、その強度低下メカニズムを検討する。そのため、先ず燃料中の静的強度を評価する手法として、試験片に一定荷重を負荷し燃料に浸漬さ

せて静的強度を評価する方法（以下，一定負荷浸漬試験）を開発する．そして，この方法が評価手法として妥当であるかを，ねじ締結構造体を用いた同一試験条件の浸漬試験の結果と比較し検証する．続いて，妥当性が確認できた一定負荷浸漬試験で，含水バイオ燃料中の SCM415 の静的強度を取得する．そして，試験後の破面，表面観察結果と，含水バイオ燃料が試験片に及ぼす影響から，強度低下のメカニズムを検討する．

## 2.2 実験方法

### 2.2.1 供試材

供試材はクロムモリブデン鋼 SCM415 で化学成分を Table 2.1 に示す．供試材に真空浸炭の熱処理を施すと，試験片表面から炭素が浸炭，拡散し，表面近傍は焼入れ硬化する．この焼入れ硬化度合いは浸炭，拡散時の炭素濃度によるため，炭素濃度の高い表面から濃度の低い試験片内部になるにつれ，硬度も低下し分布を持つことになる．したがって，浸炭焼入れした SCM415 の静的強度の評価を，中実の丸棒試験片を用いると，試験片断面の硬度分布により正確な応力値を把握することができないという問題が生じる．そのため，本章では試験片を中空にし，試験片の内外面から炭素を浸炭，拡散させることで，真空浸炭の熱処理による硬度分布をなくした試験片を作製した．試験片形状は砂時計型で一次加工として Fig. 2.1 の  $\phi 5.6$  mm のストレート部（以下，評価部と称す）の外径が  $\phi 5.8$  mm，内径が  $\phi 4.0$  mm の中空試験片を  $\phi 45$  mm の丸棒素材から 1 断面あたり 4 本削り出した．その後，真空浸炭炉でアセチレンガスを用いて 900 °C で 40 min 浸炭，65 min 拡散処理を施し油焼入れし，200 °C で 90 min 保持

Table 2.1 Chemical compositions of SCM415 (mass %).

| C    | Si   | Mn   | P    | S     | Cu   | Ni   | Cr   | Mo   | Ti    | Bi | Fe  |
|------|------|------|------|-------|------|------|------|------|-------|----|-----|
| 0.17 | 0.24 | 0.72 | 0.01 | 0.001 | 0.07 | 0.07 | 1.02 | 0.16 | 0.008 | *  | bal |

\* Very small amount

し焼戻し処理を行った．そして，2 次加工で Fig. 2.1 に示す試験片寸法に仕上げた．熱処理後における評価部の断面を JIS G 0533 による方法でエッチングをし，金属顕微鏡で観察した．外表面側の組織写真を Fig. 2.2 (a)，中間を Fig. 2.2 (b)，内表面側を Fig. 2.2 (c)に示す．金属組織はいずれもマルテンサイト組織を呈しており，試験片断面上で有意差は見られなかった．島津製作所製の EPMA (Electron Probe Micro Analyzer : 電子線マイクロアナライザー，型名 : EPMA1610) を用いて評価部の断面上で径方向に測定した炭素濃度  $C_c$  を Fig. 2.3 に示す．径方向で炭素濃度は概ね一定となり，炭素濃度の平均値は 0.6 wt%であった．また，同じく評価部の断面上で径方向にビッカース硬度  $HV$  を荷重 3 N，保持時間 10 sec の条件で測定した結果を Fig. 2.4 に示す．硬度も径方向で概ね一定となり，ビッカース硬度  $HV$  の平均値は 716 であった．以上の炭素濃度と硬度分布の出来栄えの確認結果より，中空試験片の評価部は均一に浸炭処理が施されていることを確認した．また，評価部の外表面と内表面の最大高さ粗さ  $R_z$  を  $n = 2$  の試験片で測定した結果，平均値はそれぞれ  $0.49 \mu\text{m}$  と  $1.56 \mu\text{m}$  であった．

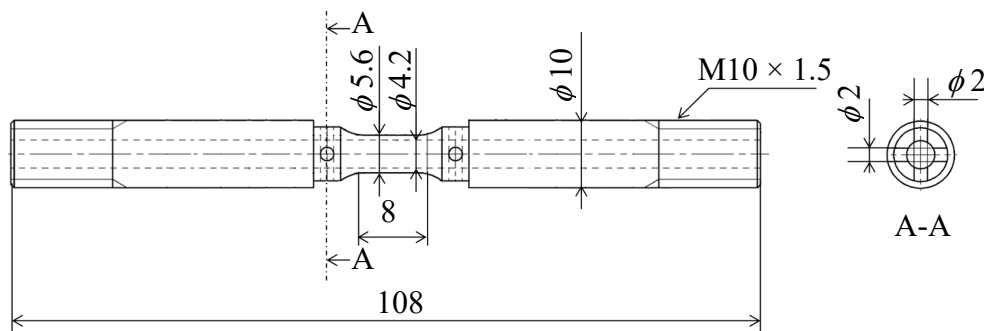


Fig. 2.1 Shape and dimensions of tensile specimen (unit in mm).

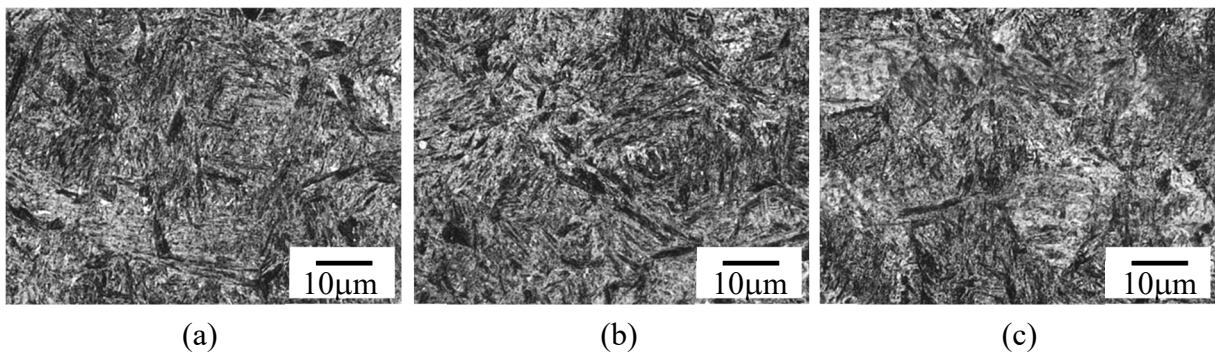


Fig. 2.2 Microstructure of the cross section of the evaluation part; (a) at the outer surface side, (b) at the middle area, and (c) at the inner surface side.

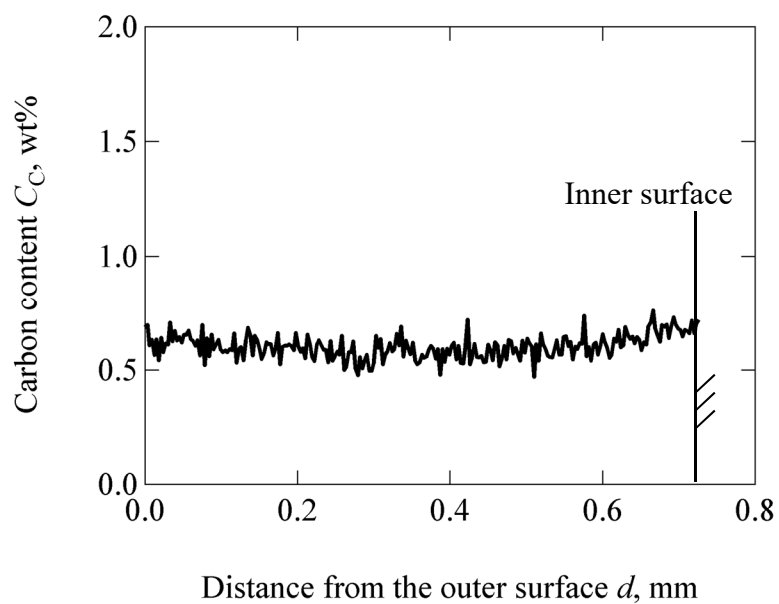


Fig. 2.3 Carbon content distribution measured along the radial direction.

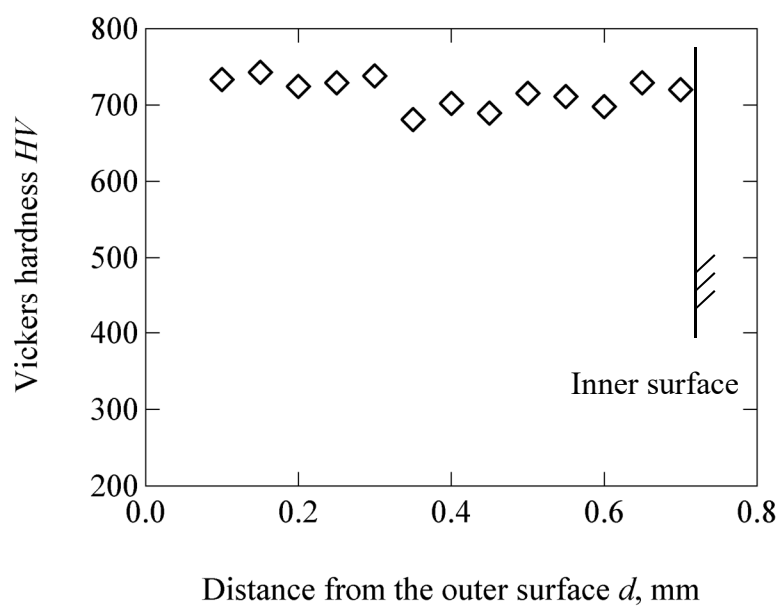


Fig. 2.4 Vickers hardness distribution measured along the radial direction.

### 2.2.2 評価方法

燃料中での鋼材の静的強度を評価するため、一定負荷浸漬試験を考案した。その評価システムの概略図を Fig. 2.5 (a), 評価治具の写真を Fig. 2.5 (b)に示す。評価治具は大小異なる口型の治具と、小型の口型治具を引張るシャフトで構成されており、小型の口型治具は大型の口型治具の内側に軸方向にガイドされた状態で内蔵されている。試験片への引張応力の負荷方法は、試験片を Fig. 2.5 (b)に示すようにセットし、シャフトの上部に取り付けたナットを締めることで小型の口型治具が引き上げられ、試験片に引張応力を負荷することができる機構となっている。組み付け時に試験片に発生する応力の算出には、評価部に軸対称に2枚貼付けたひずみゲージを使用した。燃料中ではひずみゲージの接着力が低下し剥がれる。そのため、燃料に浸からないシャフトにもひずみゲージを貼付け、ひずみゲージの上からシリコンコーティングをし、試験片の破断検出用に使用した。なお、ひずみ測定には Keyence 製のデータロガー NR600 を使用した。また、燃料を扱うことに対して安全性を確保するため、試験片をセットし燃料に浸漬させた治具を、更に耐圧容器に入れることで密閉防爆した。一連の評価治具には、燃料中で治具金属が腐食しないようにチタン合金 (Ti-6Al-4V) を使用した。試験温度はコモンレールシステムの製品使用時の燃料温度である  $80^{\circ}\text{C}$  とするため、耐圧容器を恒温槽に投入し燃料および試験片温度が  $80 \pm 2^{\circ}\text{C}$  になるように

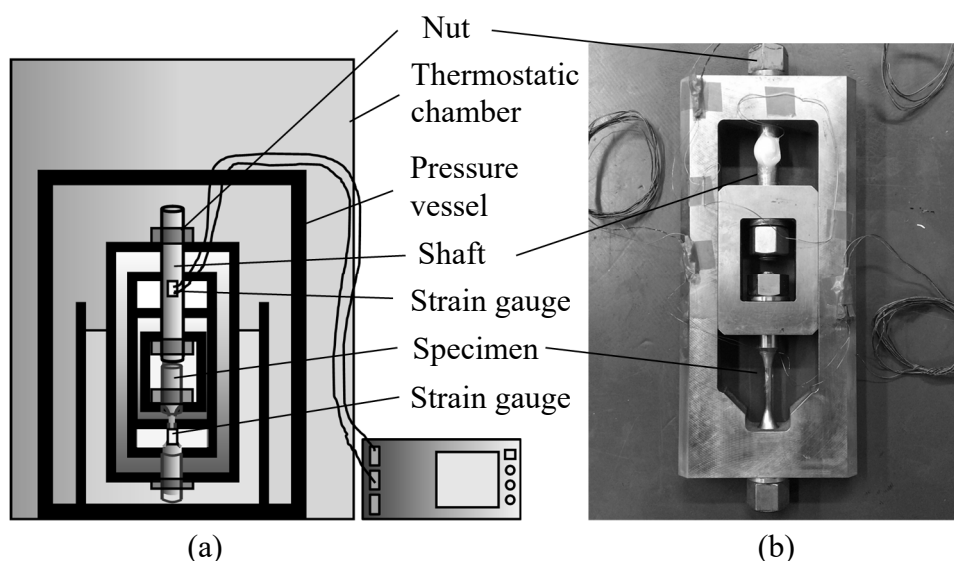


Fig. 2.5 (a) Schematic view of the static strength testing system, and (b) photo of the evaluation jig.

恒温槽を加熱制御した。

試験手順を Fig. 2.6, および以下に示す。

- (1) 試験片とシャフトにひずみゲージを貼付け治具にセットする。
- (2) 試験片に貼りつけたひずみゲージの出力を確認しながら，シャフトの上部に取り付けたナットを締め試験片に引張応力を負荷する。
- (3) 引張応力を負荷した試験片と治具を燃料に浸漬させ，さらに耐圧容器に入れて恒温槽に投入する．この時，治具に貼り付けたひずみゲージの出力値を常時モニタリングする。
- (4) 試験中モニタリングしていたひずみ出力値に Fig. 2.6 の(4) Fracture detection に示すような急激なひずみ変動が生じた時を試験片の破断と見なす。

以上の方法で，燃料中における負荷応力と破断時間の関係を取得した。

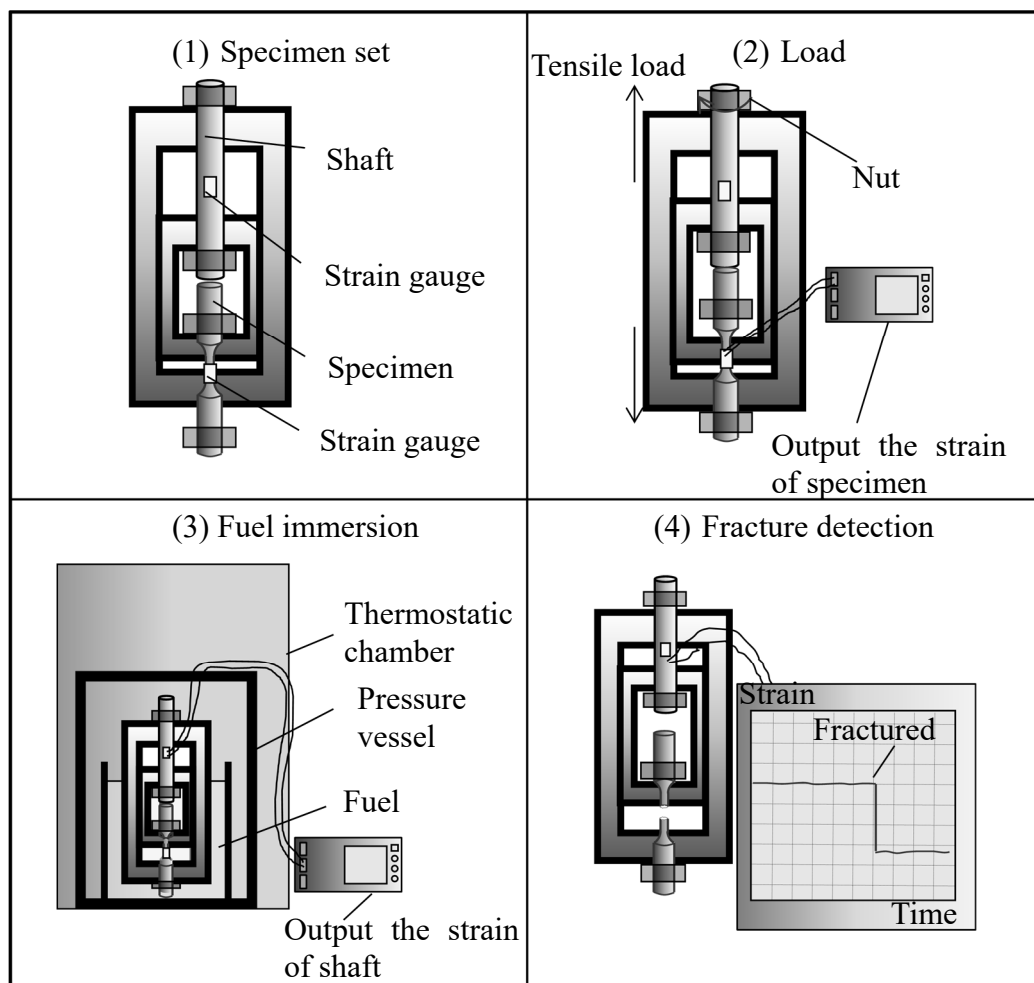


Fig. 2.6 Procedure for constant load test in fuel.



### 2.2.3 試験燃料

本章で使用した燃料は、JIS2 にバイオ燃料である SME を 20 % と、遊離水を生じさせるために蒸留水を 600 ppm 加えた含水バイオ燃料である。

## 2.3 実験結果および考察

### 2.3.1 試験方法の妥当性検証

一定負荷浸漬試験が燃料中における静的強度の評価手法として妥当であるか、すなわち部品の負荷応力と強度を模擬できているか検証するため、ねじ締結構造体を用いた浸漬試験を実施し、一定負荷浸漬試験の結果と比較することとした。

供試材と同じ SCM415 を用いて、ねじ締結構造体を作製し浸炭焼入れ処理を施した場合、炭素の浸炭と拡散は形状の影響を受けて分布を持つため、高応力が発生するねじ底の炭素濃度をコントロールして試験片の出来栄えに揃えることが難しい。そのため、熱処理後に均一な高硬度のマルテンサイト組織を呈する高炭素クロム軸受鋼 SUJ2 を用いて、出来栄えを揃えた試験片とねじ締結構造体を作製し、上記の妥当性の検証を行うこととした。SUJ2 の化学成分を Table 2.2 に示す。SUJ2 は  $\phi 48$  mm の丸棒から Fig. 2.7 に示す形状の試験片と Fig. 2.8 に示す形状のおねじ部品を削り出し、その後 850 °C で 1 hr 保持後に油焼入れし、160 °C で 1 hr 焼戻しの熱処理を施した。SUJ2 の熱処理後における  $\phi 3.5$  mm 部の断面組織は Fig. 2.9 に示すマルテンサイト組織を均一に呈しており、断面上の表面近傍でビッカース硬度  $HV$  を荷重 3 N, 保持時間 10 sec の条件で測定した結果、811 であった。

Table 2.2 Chemical compositions of SUJ2 (mass %).

| C    | Si   | Mn   | P     | S     | Cu   | Ni   | Cr   | Fe  |
|------|------|------|-------|-------|------|------|------|-----|
| 0.99 | 0.27 | 0.32 | 0.018 | 0.006 | 0.12 | 0.07 | 1.42 | bal |

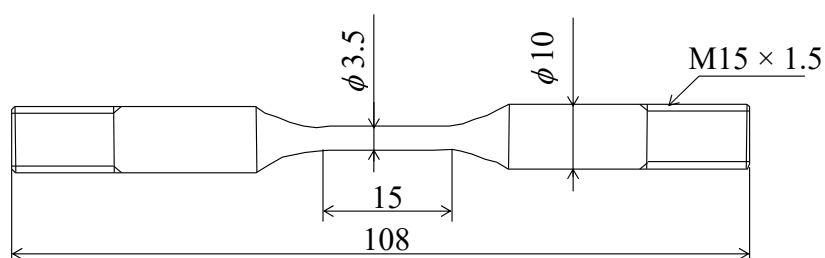


Fig. 2.7 Shape and dimensions of tensile specimen of SUJ2 (unit in mm).

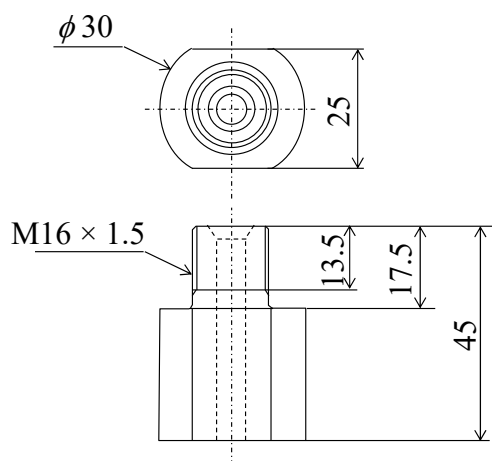


Fig. 2.8 Shape and dimensions of screw part of SUJ2 (unit in mm).

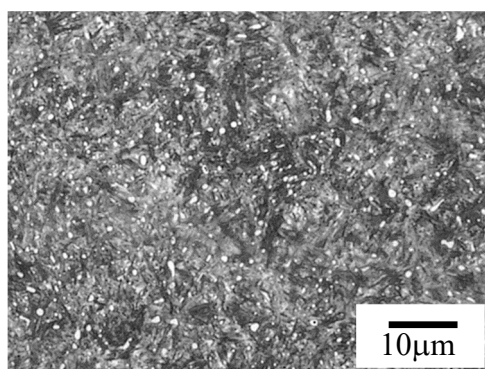


Fig. 2.9 Microstructure at the cross section of the evaluation part of SUJ2.

具体的な妥当性の検証方法としては、先ず試験片を用いた一定負荷浸漬試験を 2.2.2 項で示した方法で含水バイオ燃料中で行う。一方、ねじ締結構造体を用いた評価は、Fig. 2.8 に示すおねじ部品に市販のナットを締め付けて静的応力を負荷する。そして、そのねじ締結構造体を含水バイオ燃料に浸漬し、燃料およびねじ締結構造体の温度が  $80 \pm 2^\circ\text{C}$  になるように加熱制御した恒温槽内に投入する。200 hr 後にねじ締結構造体のねじ底に割れが有るかを確認し、試験片の一定負荷浸漬試験の結果と比較した。なお、ねじ締結構造体のおねじ部品のねじ底に発生する応力は、ナットに貼りつけたひずみゲージの出力値とねじ底に発生する応力を解析した FEM (Finite Element Method : 有限要素法) 解析結果を用いて算出した。負荷した応力は、1550 MPa, 1400 MPa, 1250 MPa の 3 水準である。また、実験室レベルの静的強度試験では通常約 100 hr 以内に割れが発生する[5]。そのため、本実験では試験時間を最長 200 hr とし、試験を打ち切った。

上記の手順で実施した試験片とねじ締結構造体の試験結果を、横軸に破断時間  $t_r$ 、縦軸に負荷応力  $\sigma$  をとり、Fig. 2.10 に示す。試験の結果、一定負荷浸漬試験では負荷応力を下げると破断時間は長くなり、約 1400 MPa まで下げると 200 hr で破断しなくなった。一方、ねじ締結構造体を用いた試験では、ねじ底応力が 1250 MPa ではき裂は確認できなかったのに対し、1400 MPa, 1550 MPa ではねじ底にき裂が確認できた。但し、上述したように 200 hr 後にき裂の有無を確認したため、き裂の発生時間は特定できていない。

以上より 200 hr 後の割れ限界は 1250 MPa ~ 1400 MPa の範囲にあり、これは試験片を用いて一定負荷浸漬試験で求めた試験時間 200 hr で未破断となる約 1400 MPa (破断限界) と概ね一致する結果となった。したがって、今回開発した一定負荷浸漬試験は燃料中の静的強度評価手法として妥当であると判断した。

### 2.3.2 SCM415 の一定負荷浸漬試験結果

妥当性が確認できた一定負荷浸漬試験で、SCM415 の中空形状の丸棒試験片を用いて含水バイオ燃料中の静的強度を求めた結果を Fig. 2.11 に示す。なお、強度の比較を行うため同一形状の試験片を用いて室温大気中で行った引張試験の結果も併せて示す。大気中の引張強度が 2033 MPa ( $n=2$  の平均) であるのに対し、含水バイオ燃料

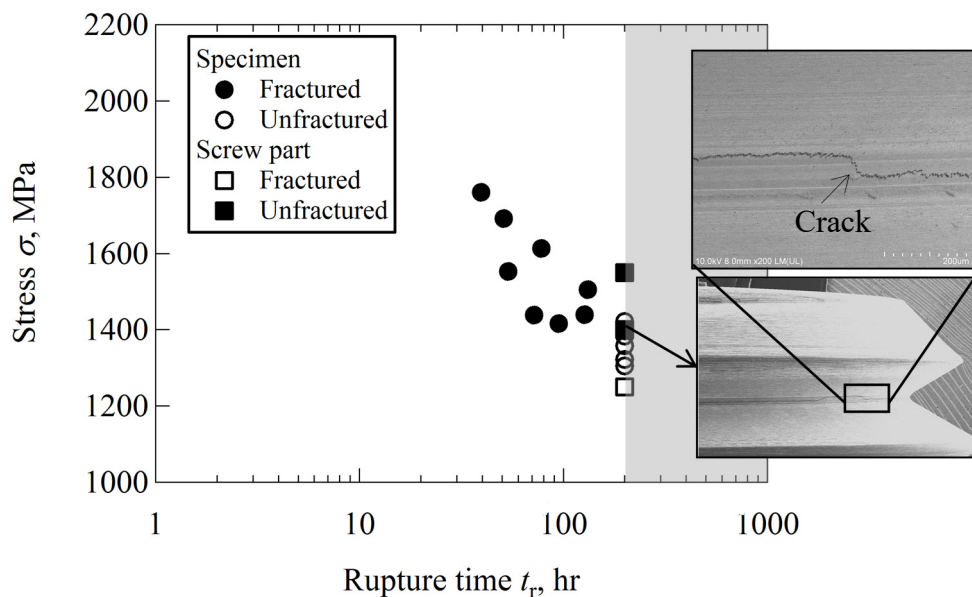


Fig. 2.10 Result of immersion test in biodiesel fuel with water for specimen and screw part made by SUJ2.

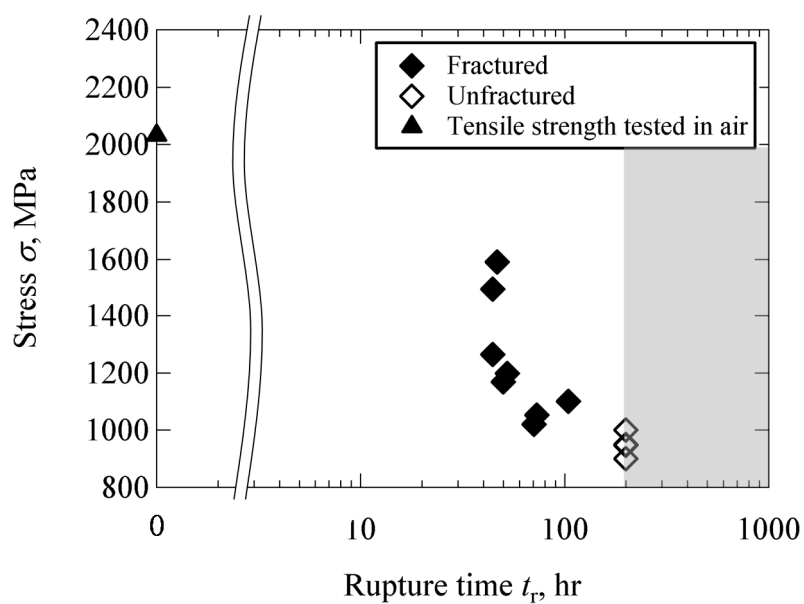


Fig. 2.11 Result of constant load test in biodiesel fuel with water.

中では試験時間 200 hr で未破断になる負荷応力は約 1000 MPa（破断限界）となり、大気中の引張強度に比べ大幅に低下した。

### 2.3.3 強度低下の要因検討

大気中の引張強度 2033 MPa であるのに対し、含水バイオ燃料中では約 1000 MPa まで強度が低下した。この原因を検討するため、試験片の破壊起点部を SEM で観察した。大気中で引張試験を行った試験片の破面を真上から観察した結果を Fig. 2.12 に示す。破壊の起点位置は試験片の外表面で、粒界破面と粒内破面（ディンプル）が混在していた。なお、後述する含水バイオ燃料中で一定負荷浸漬試験を行った試験片の破面と比較するため、粒界破面が見られた領域を点線で囲った。評価部の内外表面で表面粗さが異なっていたが、最大高さ粗さが小さい外表面を起点としていたため、強度への粗さの影響は小さいと考えられる。

次に含水バイオ燃料中で一定負荷浸漬試験をおこなった試験片の破面を Fig. 2.13 に示す。破壊の起点位置は試験片の外表面と内表面の両方存在し、起点部は粒界破面を呈していた。そして、Fig. 2.13 の SEM 写真上で点線で囲った起点部周辺の粒界破面は、大気中の試験片とは異なり広い領域で確認できた。そこで、この起点部周辺の粒界破面の面積を  $area_g$  とし、 $\sqrt{area_g}$  と破断時間  $t_r$  の関係を整理し、Fig. 2.14 に示す。 $\sqrt{area_g}$  は破断時間が長くなるにつれ増加する傾向が見られた。このことから燃料影響による粒界脆化の可能性が示唆された。

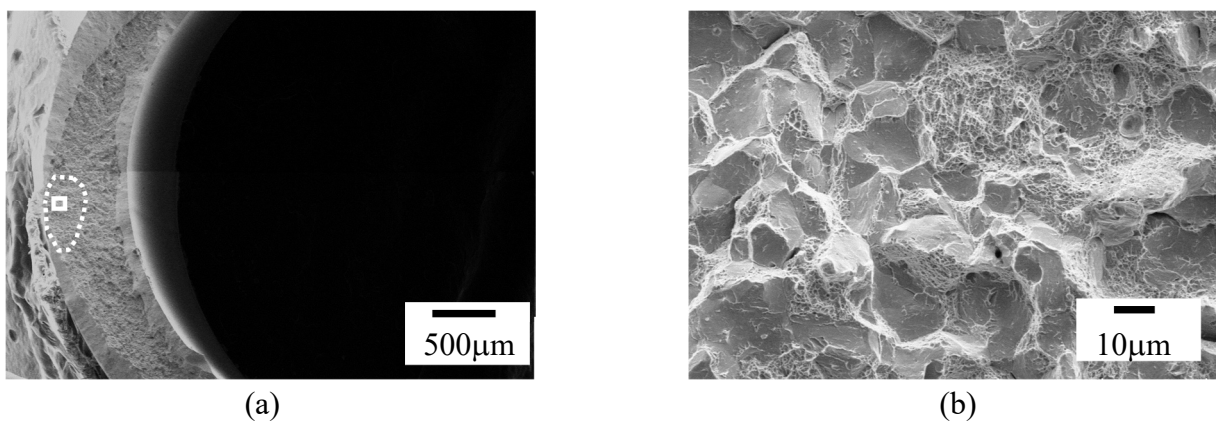


Fig. 2.12 SEM images of fracture surface after tensile test in air; (a) fracture origin, and (b) magnified view indicated by the rectangular area in (a).

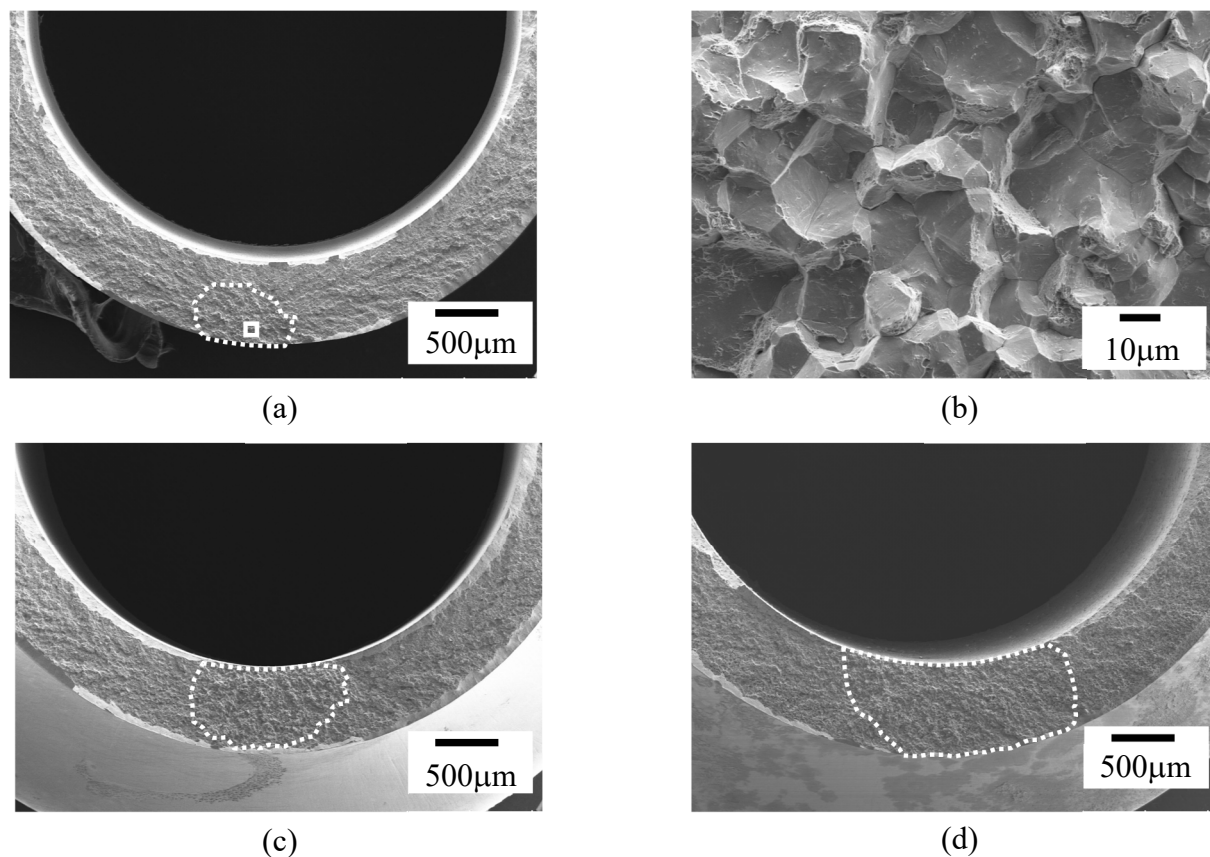


Fig. 2.13 SEM images of fracture surface after constant load test in biodiesel fuel with water; (a) fracture origin,  $t_r = 0.2$  hr, (b) magnified view indicated by the rectangular area in (a), (c) fracture origin,  $t_r = 44.5$  hr, and (d) fracture origin,  $t_r = 70.7$  hr.

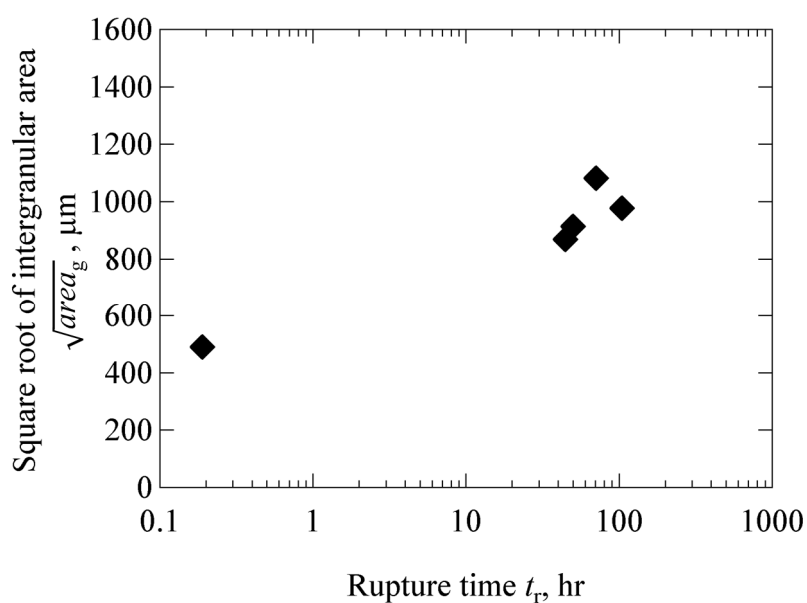


Fig. 2.14 Relationship between  $\sqrt{area_g}$  and rupture time.

続いて、破面を  $30^\circ$  傾けて起点部付近の表面を SEM で観察した結果を Fig. 2.15 に示す。試験前には見られなかった腐食痕が、一定負荷浸漬試験後の試験片表面および起点部近傍の破面上に確認することができた。したがって、表面荒れによる応力集中で強度低下した可能性が示唆された。

一方、試験中に評価部径の減少による応力増加や、硬度低下による強度低下が起きていないかを確認した。先ず Fig. 2.16 に評価部径  $d_e$  ( $n = 10$ ) の試験前後の差を示す。一定負荷浸漬試験で破断した  $n = 8$  の試験片をグラフ横軸の Specimen No. 1 から 8 に、また 200 hr 後に未破断であった試験片の中から 2 本選び測定した結果を Specimen No. 9, 10 に示す。いずれの試験片も  $d_e$  に差は見られなかった。次に、未試験の試験片 ( $n = 1$ ) と一定負荷浸漬試験で未破断であった別の試験片 ( $n = 1$ ) に対し、評価部断面上の表面近傍でビッカース硬度  $HV$  を荷重 3 N, 保持時間 10 sec の条件で測定した結果を Fig. 2.17 に示す。こちらも試験前後で有意差はなかった。

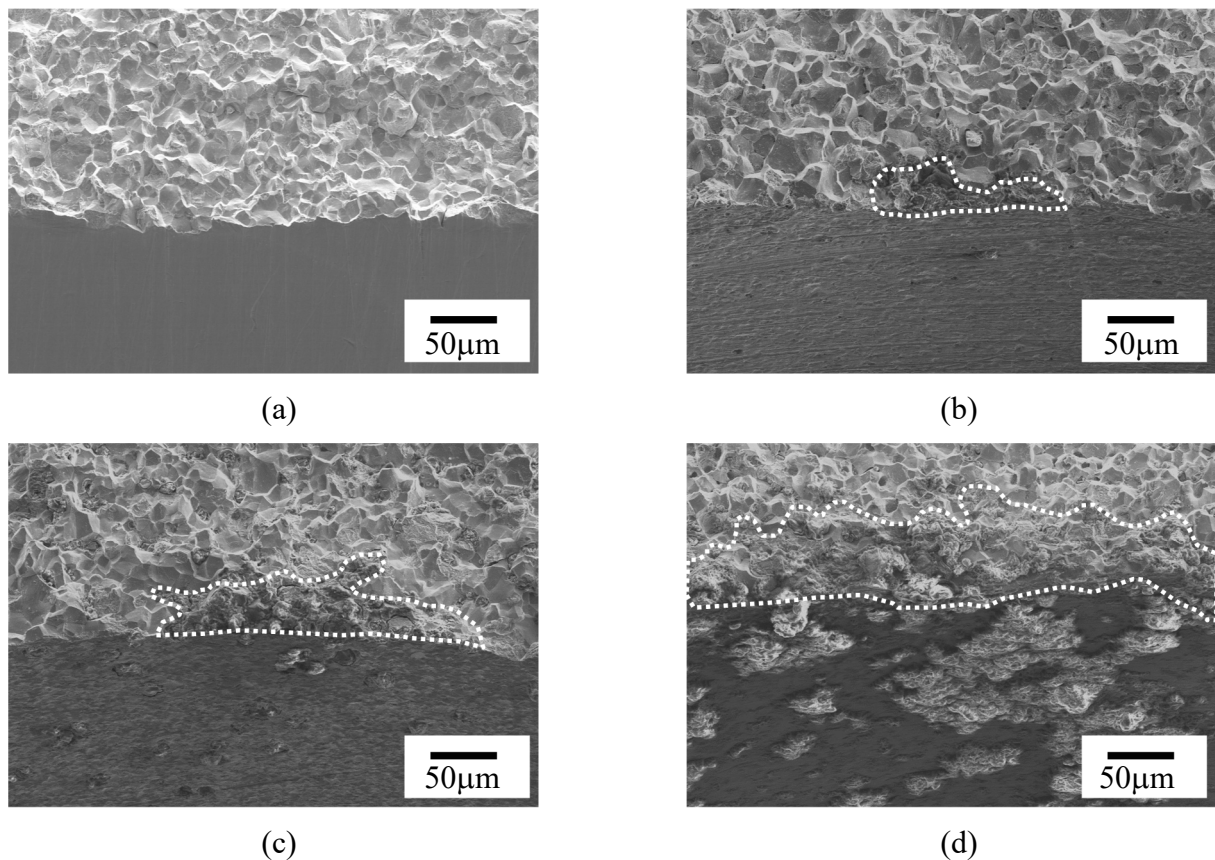


Fig. 2.15 SEM images of specimen surface after constant load test in biodiesel fuel with water when the fracture surface is tilted by  $30^\circ$ ; (a)  $t_r = 0.2$  hr, (b)  $t_r = 44.5$  hr, (c)  $t_r = 70.7$  hr, and (d)  $t_r = 104.3$  hr.

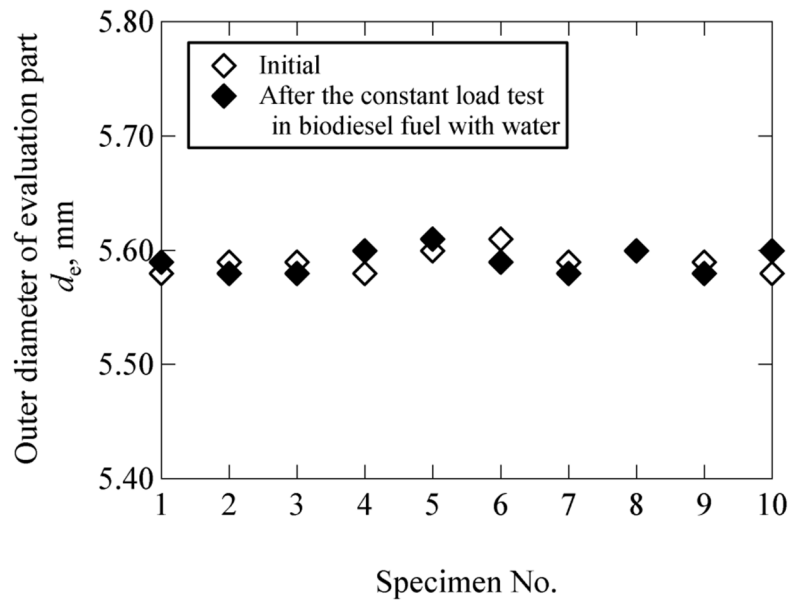


Fig. 2.16 Outer diameter of evaluation part.

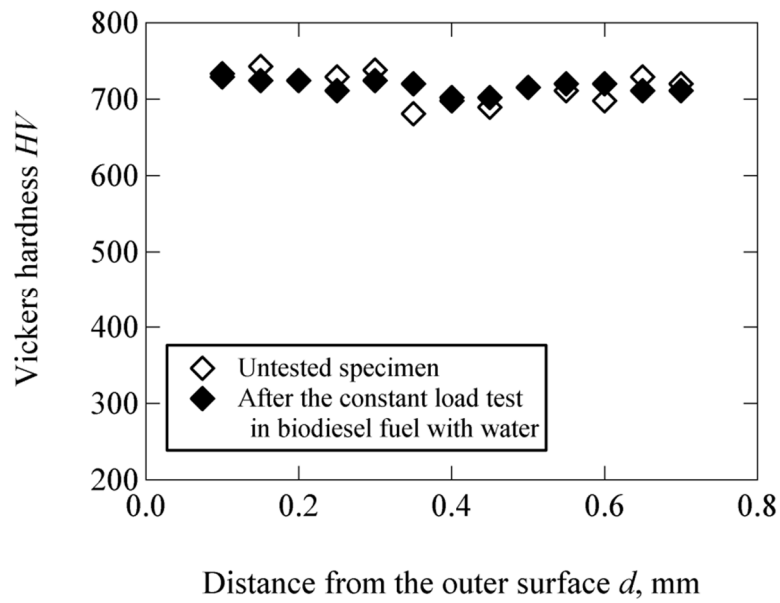


Fig. 2.17 Vickers hardness distribution measured along the radial direction.



以上の試験前後の試験片精査結果から、含水バイオ燃料中における強度低下要因を粒界脆化と表面荒れによる応力集中と考え、この要因に基づいた強度低下原因を以下のように推定した。まず試験時間の経過とともに酸化や加水分解により燃料劣化が進み、バイオ燃料起因の有機酸（酢酸、ギ酸など）が発生する。有機酸と、燃料中の遊離水により腐食が起き、それと同時に有機酸（ $\text{R-COOH}$ ）の解離（ $\text{R-COO}^-$ ,  $\text{H}^+$ ）に起因した水素も発生する。そして、試験時間に依存して表面荒れによる応力集中と水素吸蔵による粒界脆化が起き、強度が低下した。

この推定原因を検証するに当たり、まず強度低下の2つの要因、

1. 水素吸蔵による粒界脆化
2. 表面荒れによる応力集中

の寄与度を明確にし、主要因を特定した後に推定原因の検証を行うこととした。

### 2.3.4 主要因特定

主要因の特定は各単独要因の強度低下量を求め、一定負荷浸漬試験の強度低下量と比較する方法で行った。

まず、水素脆化単独による強度低下量の測定は陰極チャージにより強制的に拡散性水素を試験片に吸蔵させながら、極低速（ $0.0018 \text{ mm/min} = \text{ひずみ速度} : 2 \times 10^{-6} / \text{s}$ ）で引張る SSRT 試験で行った。試験片は一定負荷浸漬試験と同一形状のものを使用し、試験機は島津製作所製のオートグラフ（型名：AG-X）を使用した。SSRT 試験に使用した治具の概略図を Fig. 2.18 に示す。陰極チャージの溶液には  $0.1 \text{ mol/l}$  の  $\text{NaOH (aq)}$  を使用し、水素吸蔵を促進させるためにチャージ溶液に  $\text{NH}_4\text{SCN}$  ( $1 \sim 30 \text{ g/l}$ ) を加え、またチャージ電流を  $0.01 \sim 10 \text{ mA/cm}^2$  の範囲で制御することにより、所望の水素量を試験片に吸蔵させた。陰極チャージは試験開始前に予め 48 hr 行い、試験中も同条件で陰極チャージをしながら SSRT 試験を行った。

一方で、表面荒れ単独の強度低下量を測定するために、 $80^\circ\text{C}$  の含水バイオ燃料中に試験片を 200 hr 浸漬させて表面荒れを発生させ、その後 2 日間大気放置し浸漬中に吸蔵した拡散性水素を放出させた試験片を準備した。この試験片を使用して室温大気中で引張試験を行った。

一連の試験で用いた試験片に対し、試験片内部に吸蔵していた拡散性水素量を測定

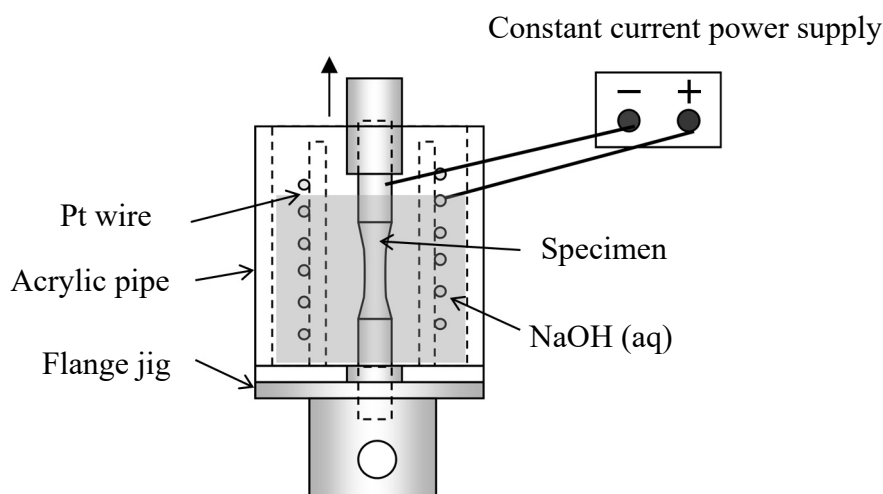


Fig. 2.18 Schematic view of SSRT jig.

するため，試験後に試験片を破断面から約 15 mm カットした．そして，ジェイ・サイエンス・ラボ製のガスクロマトグラフ（型名：GAS1000T）と自動ガスサンプラー（型名：GAS-135）を用いて昇温脱離法により拡散性水素量を測定した．また，一定負荷浸漬試験の一部の試験片に対しても，各要因の寄与度を判別するために拡散性水素量の測定を同様に行った．

横軸に室温から 300 °C の範囲で検出した累積拡散性水素量  $C_H$  を，縦軸に破断応力  $\sigma_f$  をとり，各単独要因の強度低下量の結果と一定負荷浸漬試験の結果をプロットしたグラフを Fig. 2.19 に示す．なお，昇温脱離法で測定した累積拡散性水素量が検出限界（0.2 wt.ppm）以下の時は 0 wt.ppm にプロットした．その結果，表面荒れ単独の影響を評価した破断応力（ $n=2$  の平均）は 1890 MPa で，大気中の引張強度に比べ若干低下した．しかし，浸漬時間 200 hr で未破断となる 1000 MPa よりもはるかに大きく，表面荒れは強度低下の主要因ではないと思われる．

一方，強度が低下した一定負荷浸漬試験の結果は，水素脆化単独の影響を評価した SSRT 試験結果を用いて最小二乗法で引いた近似線上にプロットされた．このことから水素脆化が燃料中の強度低下の主要因と判断した．

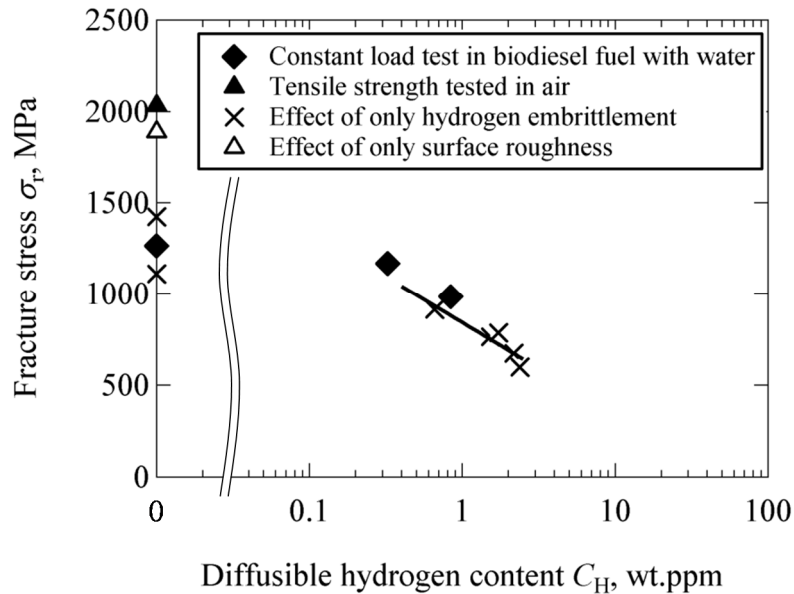


Fig. 2.19 Fracture stress affected by only hydrogen embrittlement and only surface roughness respectively.

### 2.3.5 推定原因の検証

水素脆化による強度低下の推定原因（試験時間に依存して水素吸蔵により粒界が脆化）を検証するため、試験時間の経過とともに増加傾向を示した起点部付近の粒界破面の面積の平方根 $\sqrt{area_g}$ と、2.3.4項で強度低下との相関が明らかになった累積拡散性水素量の関係を調査することとした。

まず、Fig. 2.19の水素脆化単独の強度低下結果を用いて、 $\sqrt{area_g}$ と累積拡散性水素量の関係、および $\sqrt{area_g}$ と破断応力の関係を調査した。Fig. 2.20の×プロットから累積拡散性水素量が増えると $\sqrt{area_g}$ は増加し、Fig. 2.21の×プロットから $\sqrt{area_g}$ が増加すると破断応力が低下していることがわかる。このことより、拡散性水素が粒界強度に影響を与え、粒界が脆化することで試験片の破断応力が低下したといえる。同様に一定負荷浸漬試験後の $\sqrt{area_g}$ 、累積拡散性水素量、破断応力の関係をFig. 2.20とFig. 2.21に◆プロットで示す。水素脆化単独の強度低下結果を用いて最小二乗法で引いた近似線上にのることが分かる。すなわち燃料中における水素脆化も水素脆化単独時と同様で、拡散性水素が粒界強度に影響を与え、粒界が脆化したことで強度低下したと考えられ、2.3.3項で示した強度低下の推定原因が証明できた。

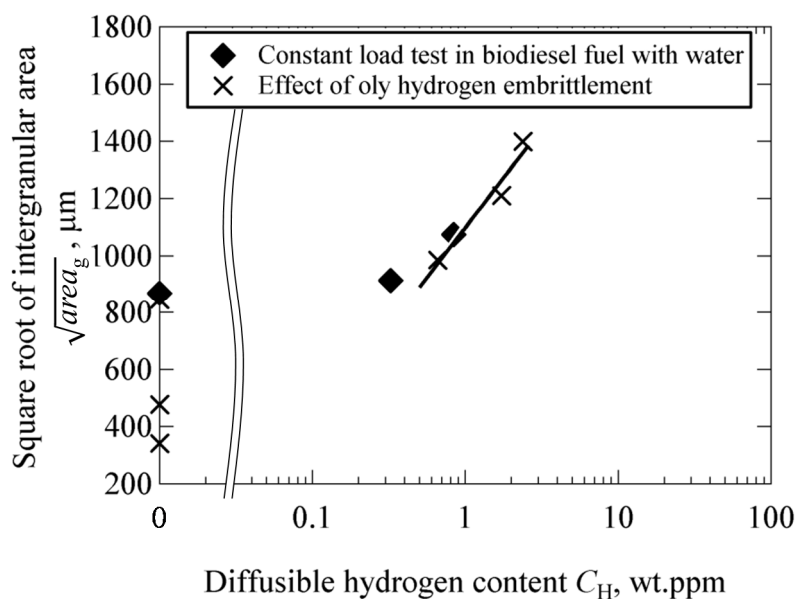


Fig. 2.20 Relationship between  $\sqrt{area_g}$  and diffusible hydrogen content.

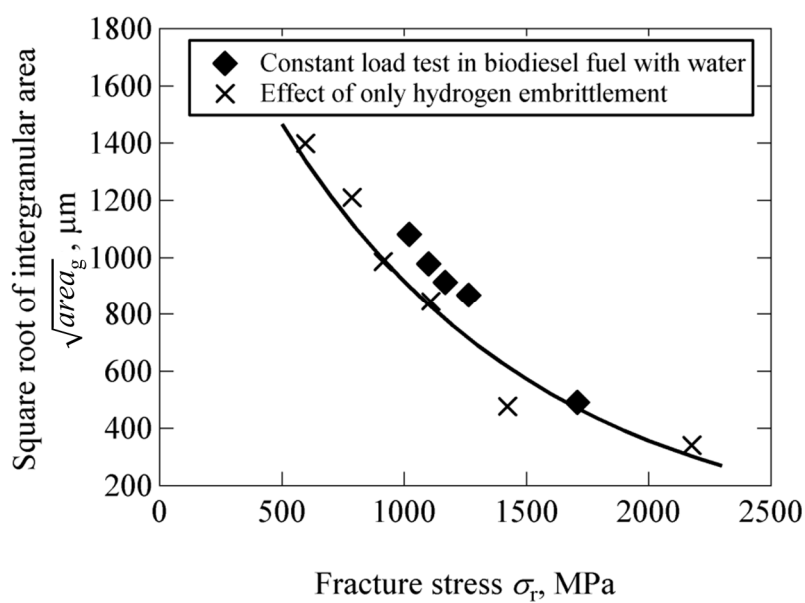


Fig. 2.21 Relationship between  $\sqrt{area_g}$  and fracture stress.

## 2.4 ま と め

本章では燃料中の静的強度評価手法を確立し，粗悪燃料を想定した含水バイオ燃料中における SCM415 の静的強度の明確化と，強度低下のメカニズムの検討を行った．

まず，燃料中の静的強度を評価する手法として，試験片に一定荷重を負荷し燃料に浸漬する，一定負荷浸漬試験を考案した．この評価手法の妥当性を検証するため，SUJ2 を用いて含水バイオ燃料中における一定負荷浸漬試験で求めた試験時間 200 hr 後の破断限界と，ねじ締結構造体の 200 hr 後の割れ限界を比較した．その結果，両者は概ね一致したことから，一定負荷浸漬試験は燃料中の静的強度評価手法として妥当であることが確認できた．

SCM415 の中空形状の丸棒試験片を用いて，一定負荷浸漬試験で含水バイオ燃料中の静的強度を求めた結果，200 hr 後の破断限界は約 1000 MPa となり，大気中の引張強度である 2033 MPa から大幅に低下した．試験後の破面，表面観察から，起点部周辺には粒界破面が確認でき，また起点部付近の表面には腐食痕が認められた．このことから強度低下要因として水素吸蔵による粒界脆化と，表面荒れによる応力集中が考えられた．

これらの要因の強度低下への寄与度を明確にするため，各単独要因の強度低下量を求めた結果，今回の材料と試験条件（燃料：含水バイオ燃料，試験時間：200 hr）では，水素吸蔵による粒界脆化が強度低下の主要因であることが分かった．また，燃料中の強度低下は，試験時間に依存して拡散性水素が粒界強度に影響を与え，粒界が脆化する領域が増えることで強度低下を起こした可能性が考えられる．

## 参考文献

- [1] T. Yoda, “An Advanced Diesel Common Rail System for Achieving a better Balance between Ecology and Economy”, Denso technical review, Vol. 14, pp. 30-35 (2009).
- [2] A. Kojima, T. Kikutani and S. Yahata “New Solutions for a Globalization-Oriented Diesel FIE-Strategy for Diversified Fuels”, Denso technical review, Vol. 19, pp. 171-178 (2014).
- [3] Y. Yoshimoto and E. Kinoshita, “Applied Technology of Vegetable Oils for Diesel Engines -Use of Biodiesel Fuel-”, Journal of the Combustion Society of Japan, Vol. 51, No. 156, pp. 121-128 (2009).
- [4] K. Yamane, “Effect of Antioxidants on Biodiesel Fuel”, Japan Oils Chemists’ Society, Vol. 12, No. 5, pp. 189-195 (2015).
- [5] S. Yamamoto, “Delayed Fracture”, Tetsu-to-Hagané, Vol. 55, No. 4, pp. 326-337 (1969).

## 第 3 章

# 燃料中の疲労強度評価手法の確立 および燃料中の 4 点曲げ疲労特性

### 3.1 はじめに

コモンレールシステムの部品の使用環境である燃料中の強度特性を明確にし、部品設計に反映していく必要がある中、第 2 章では部品に使用されている浸炭焼入れ鋼 SCM415 の含水バイオ燃料中における静的強度の明確化と、強度低下のメカニズムの検討を行った。一方、部品のもう一つの強度課題である燃料中の疲労強度に関して、これまで燃料の疲労強度への影響に関する研究例として、皮籠石ら[1]はエンジンのシリンダー用材料として検討されている Al 合金に対し、滴下式の回転曲げ疲労試験を行い、バイオディーゼル燃料の吸水性による腐食作用で疲労強度が低下することを報告している。しかし、コモンレールシステムの部品に使用されている浸炭焼入れ鋼や軸受鋼などの高強度鋼に対し、バイオディーゼル燃料の影響を把握した研究例は見当たらない。また、耐圧強度が必要となる部品は常に燃料に曝されており、燃料の内圧により引張応力が繰返し発生する。しかし、部品の使用環境である燃料中で、応力比  $R > 0$  の片振り疲労試験は行われておらず、評価手法はまだ確立されていない。

そこで本章では、浸炭焼入れ鋼 SCM415 の含水バイオ燃料中における疲労強度の明確化と強度低下の原因を検討する。そのため、先ずコモンレールシステムの部品の使用環境を模擬した疲労試験、すなわち燃料中の 4 点曲げ疲労強度評価手法を確立する。続いて、確立した評価手法を用いて、含水バイオ燃料中における SCM415 の疲労強度

を取得する．そして，試験後の破面と試験片表面の観察から，含水バイオ燃料中で試験を行った試験片の破壊形態の特徴を明らかにする．さらに，破壊形態および含水バイオ燃料が試験片に及ぼす影響から強度低下の原因を検討する．

## 3.2 実験方法

### 3.2.1 供試材

供試材はクロムモリブデン鋼 SCM415 で，化学成分を Table 3.1 に示す． $\phi 45$  の丸棒から Fig. 3.1 に示す寸法の試験片を作製した．その際，試験片角部の応力集中を懸念して，引張応力を負荷する面の長辺の角部に C0.5 mm の面取り加工を施した．その後，真空浸炭炉でアセチレンガスを用いて 900 °C で 40 min 浸炭，65 min 拡散処理後に油焼入れし，200 °C で 90 min 保持し焼戻し処理を行った．コモンレールシステムの部品の加工条件と合わせるため，熱処理後は引張応力を負荷する面に機械加工は施さず，熱処理肌のまま試験に供した．

熱処理後の試験片断面を JIS G 0533 の方法でエッチングをし，平面部と面取り角部の表面近傍を金属顕微鏡で観察した結果を Fig. 3.2 (a), (b) に示す．また，JIS G 0551 の方法でエッチングをし，平面部の表面近傍を同じく金属顕微鏡で観察した結果を Fig. 3.2 (c) に示す．先ず，Fig. 3.2 (a), (b) より金属組織はマルテンサイト組織を呈していることが確認でき，また Fig. 3.2 (c) より旧オーステナイト（以下， $\gamma$  と略す）粒界に炭化物の析出が一部認められた．そして，炭化物の析出は Fig. 3.2 (a), (b) より平面部より角部の方が多く確認できた．熱処理後において試験片中心付近の長手方向の断面上で，表面から厚み方向の内部にビッカース硬度  $HV$  を荷重 3 N，保持時間 10 sec の条件で測定した結果を Fig. 3.3 に示す．表面硬度  $HV$  は 708 で，表面から内部になるにつれ

Table 3.1 Chemical compositions of SCM415 (mass %).

| C    | Si   | Mn   | P     | S     | Cu   | Ni   | Cr   | Mo   | Ti    | Bi | Fe  |
|------|------|------|-------|-------|------|------|------|------|-------|----|-----|
| 0.17 | 0.22 | 0.72 | 0.007 | 0.001 | 0.06 | 0.05 | 0.98 | 0.16 | 0.007 | *  | bal |

\* Very small amount



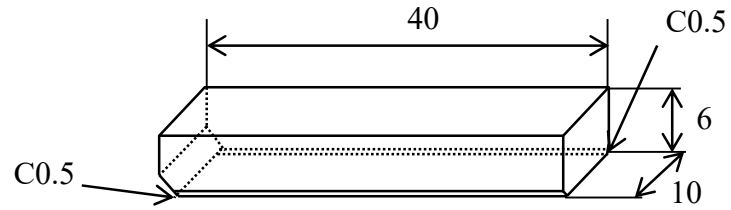


Fig. 3.1 Shape and dimensions of 4-point bending specimen (unit in mm).

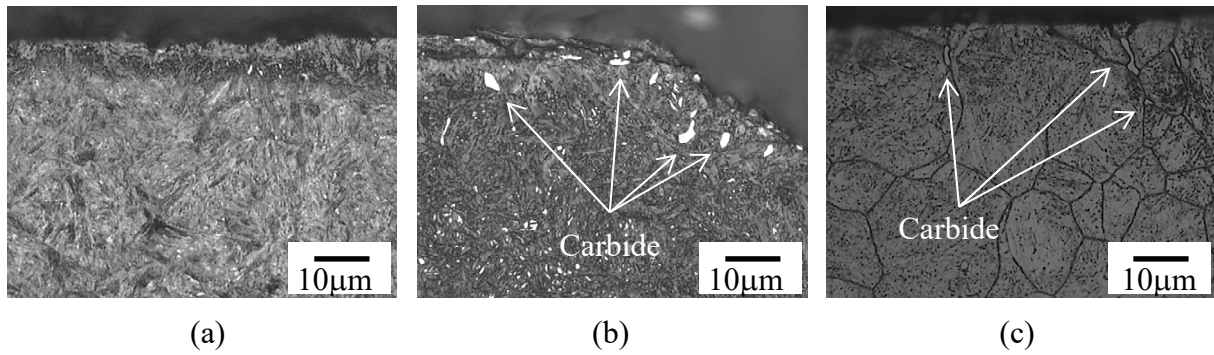


Fig. 3.2 Microstructure of the cross section; (a) at the planar part etched by JIS G 0553, (b) at the corner part etched by JIS G 0553 and (c) at the planar part etched by JIS G 0551.

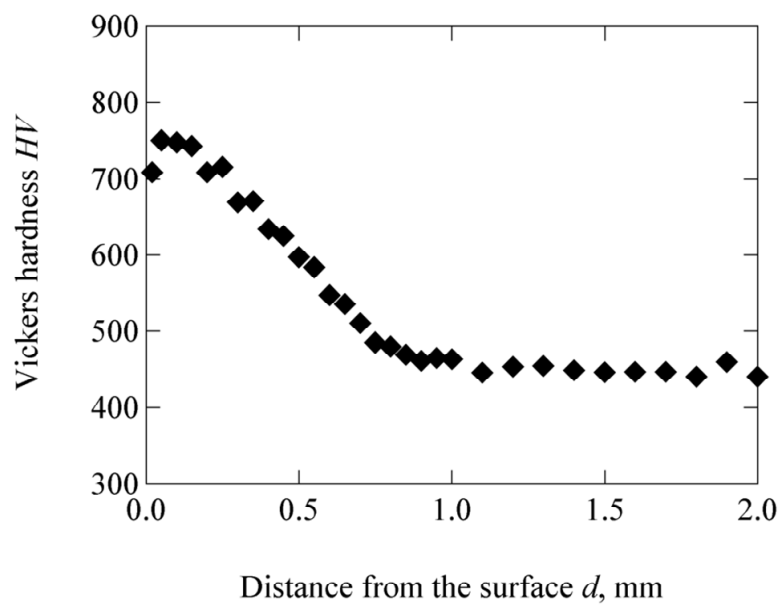


Fig. 3.3 Vickers hardness distribution measured along the thickness direction.

硬度は低下し、JIS G 0557による有効硬化層深さは0.61 mmであった。また、試験片中心と、中心より幅方向に2 mm離れた計3箇所で測定した長手方向の残留応力 $\sigma_r$ の平均値をFig. 3.4に示す。なお、横軸は試験片表面から厚み方向の深さで、残留応力 $\sigma_r$ はCr-K $\alpha$ 線で(211)回折線を用いて $\sin^2\psi$ 法により求めた。その結果、表面残留応力は-173 MPaで、表面から深さ80  $\mu\text{m}$ の範囲内では概ね一定であった。また試験片表面の最大高さ粗さ $R_z$ を $n=2$ の試験片で測定した結果、平均値は2.29  $\mu\text{m}$ であった。

### 3.2.2 評価設備

燃料中で疲労強度を評価するため、Fig. 3.5に示す既存の島津製作所製の電気油圧サーボ式疲労試験機（型名：Lab-5）に燃料循環システムを組み合わせ燃料中の疲労強度評価設備を作製した。作製した設備の概略図をFig. 3.6に示す。設備はFig. 3.7に示す試験槽を備えた疲労試験機、燃料タンク、そして燃料循環用ポンプで構成されており、それぞれは配管で繋がれている。試験槽は燃料の漏れや揮発を防止するため、アクリル製のパイプで囲われており、ベローズ構造の押し治具とOリングを用いることにより、完全に密閉した空間の中で試験を行えるようにした。燃料に曝される治具や燃料タンクには耐食性のあるSUS316を、配管には耐膨潤性、耐熱性のあるフッ素

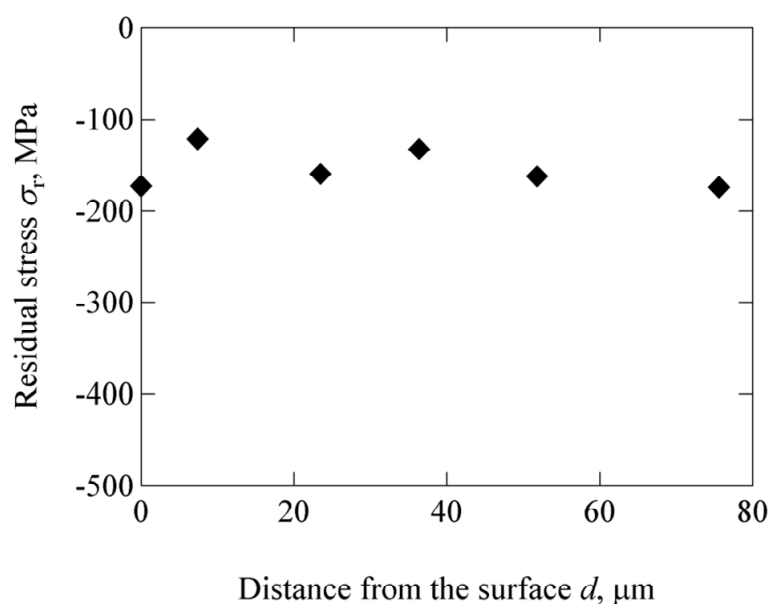


Fig. 3.4 Longitudinal residual stress distribution measured along the thickness direction.

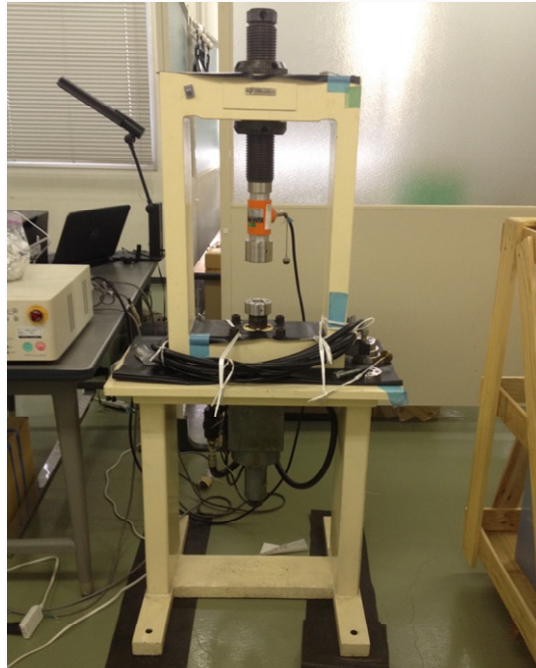


Fig. 3.5 Hydraulic servo fatigue testing machine.

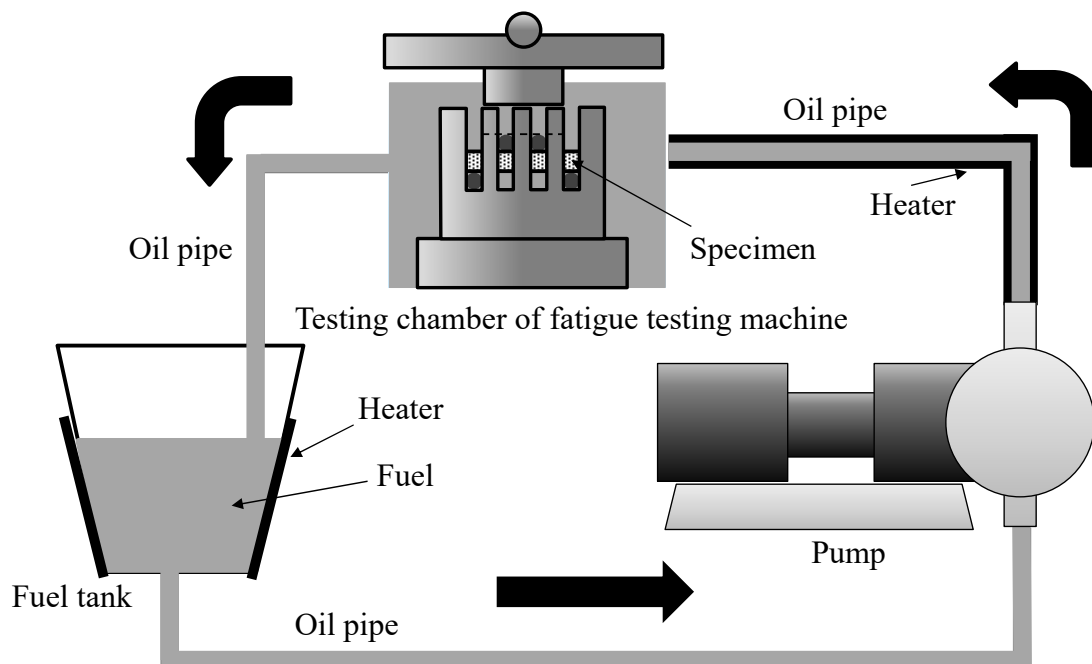


Fig. 3.6 Schematic view of the fatigue testing system in fuel.

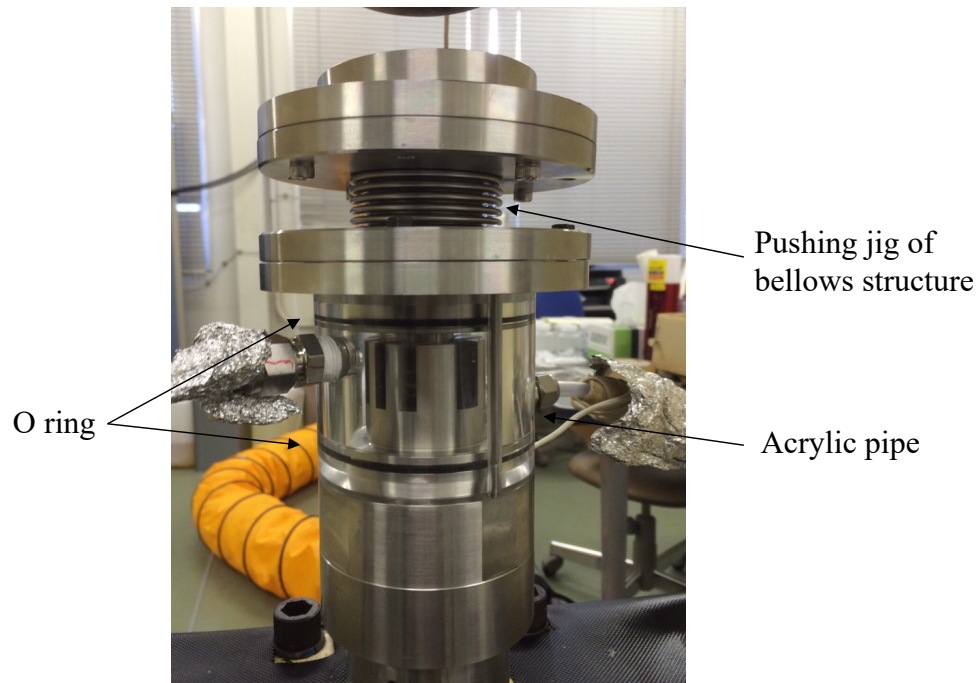


Fig. 3.7 Photo of the testing chamber.

系の樹脂チューブを用いた。また、燃料循環用ポンプには防爆仕様のものを使用した。そして、試験槽の燃料温度を加熱制御するため燃料タンク、および循環用ポンプと試験槽の間の配管には加熱ヒーターを設けた。

燃料は燃料タンクから循環用ポンプで試験槽に約 60 ml/min で圧送され、試験槽が燃料で満たされると再び燃料タンクに戻るという循環経路となっている。

### 3.2.3 疲労試験

疲労試験の荷重負荷形式は4点曲げで、応力比  $R = 0.05$ 、試験周波数  $f = 20$  Hz の正弦波で、最大  $10^7$  サイクルまで疲労試験を行った。疲労試験には 14S-N 法を適用し、本章では疲労限度  $\sigma_w$  を破断繰返し数  $N_f = 10^7$  の疲労強度とし、ステアケース法で求めた[2]。試験槽の燃料温度はコモンレールシステムの製品使用時の燃料温度である 80 °C とした。また、試験片表面に負荷する曲げの引張応力  $\sigma$  は次式を用いて計算した。

$$\sigma = \frac{3F(L-l)}{2bd^2} \quad (3-1)$$

ここで、 $F$ : 荷重 (N),  $L$ : 下部スパン (= 30 mm),  $l$ : 上部スパン (= 10 mm),  $b$ : 試験片幅 (= 10 mm),  $d$ : 試験片厚さ (= 6 mm) である。なお、FEM 解析で試験片表面に負荷する引張応力を算出した結果、引張応力を負荷する面の長辺に付けた面取りの影響と思われる応力分布が試験片幅方向に存在したが、応力の最大値と最小値の幅は 0.9 % で、式(3-1)で求めた引張応力  $\sigma$  と試験片中心部の応力はほぼ一致した。

### 3.2.4 試験燃料

本章で使用した燃料は、JIS2 にバイオ燃料である SME を 20 % と、遊離水を生じさせるために蒸留水を 600 ppm 加えた含水バイオ燃料である。なお、疲労強度の比較を行うため JIS2 中でも疲労試験を行った。

## 3.3 実験結果および考察

### 3.3.1 試験方法の妥当性検証

作製した評価設備でコモンレールシステムの部品の使用条件（燃料温度と燃料性状）を模擬し、含水バイオ燃料中で荷重を正確に試験片に負荷できるか検証した。

まず燃料温度について、試験槽の燃料温度を 80 °C に制御するため、燃料を循環しながらヒーターで加熱制御した。Fig. 3.8 はその時の試験槽の燃料の温度変化を熱電対で測定した結果である。試験槽の燃料温度  $T$  は加熱開始から約 120 min で  $80 \pm 3$  °C に安定し、温度制御できていることを確認した。この温度測定結果より、疲労試験は燃料の加熱開始から 2 hr 後に始めることとした。

次に燃料性状について、同一燃料を長時間使用すると過度な劣化を起こす可能性がある。そのため、疲労試験中の試験槽の燃料性状を、市場における燃料性状と同等に

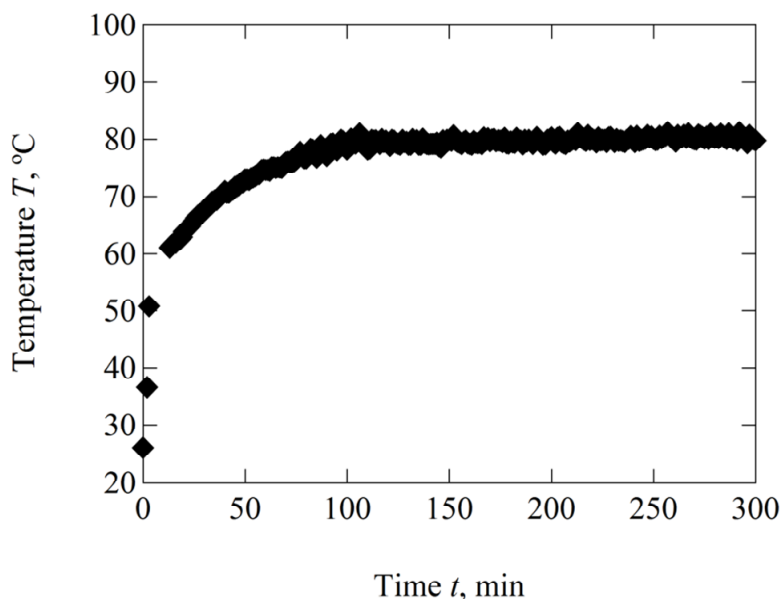


Fig. 3.8 Temperature history of the fuel.

安定的に保つため、定期的に燃料を交換することとした。燃料の交換頻度を定めるため、循環中に定期的に燃料を汲み取り、電位差測定法で全酸価  $TAN$  を、そしてイオンクロマトグラフィーで有機酸イオン（ギ酸イオン、酢酸イオン）を測定した。Fig. 3.9 (a)に JIS2 を、Fig. 3.9 (b)に含水バイオ燃料の性状変化を示す。燃料分析結果より含水バイオ燃料のギ酸イオン濃度と、JIS2 中の酢酸イオン濃度が急激に増加する手前の 7 d (168 hr) 以内に両燃料とも交換することとした。

上記の試験条件で、含水バイオ燃料中における疲労強度を正確に取得できるか確認するため、試験片に発生するひずみを実測し検証した。具体的には、引張応力を負荷する試験片表面にひずみゲージを貼り付け、その上からシリコンでコーティングした試験片を用いて、大気中と含水バイオ燃料中における発生ひずみを実測し比較した。Fig. 3.10 に最大荷重  $F_{\max} = 10110 \text{ N}$ 、最小荷重  $F_{\min} = 510 \text{ N}$ 、試験周波数  $f = 20 \text{ Hz}$ 、サンプリング周期  $= 0.001 \text{ sec}$  の時の測定結果を示す。縦軸は発生ひずみ  $\epsilon$ 、横軸は時間  $t$  で、任意の時間における 5 サイクル分を示している。各環境下における発生ひずみは、負荷荷重から算出したひずみに対し、大気中で +0.38 %、含水バイオ燃料中で +0.14 % となり、試験環境の違いで発生ひずみに有意差はなく、また含水バイオ燃料中においても概ね狙い通りの引張応力を試験片表面に負荷できることを確認した。よ

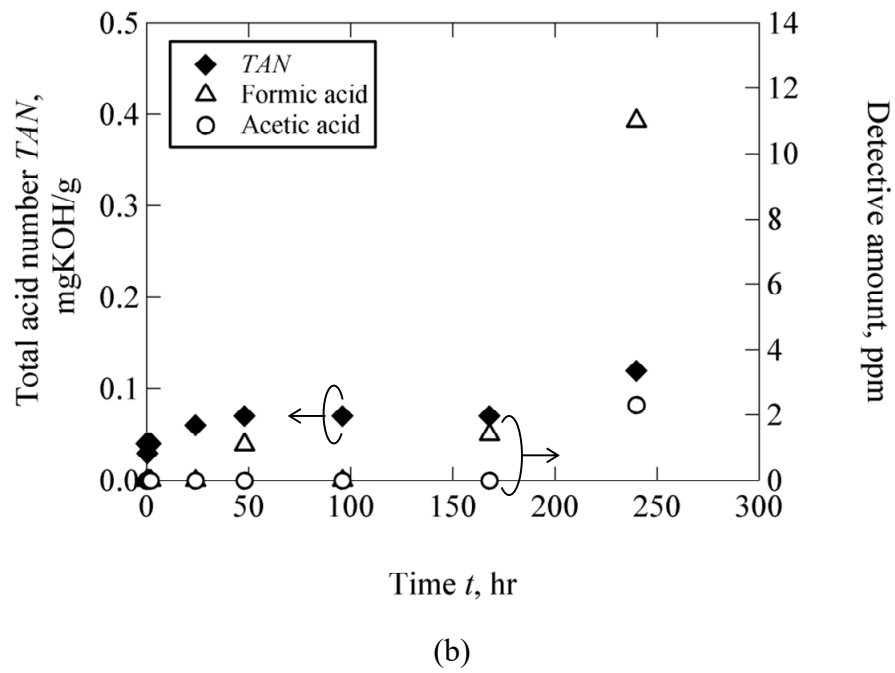
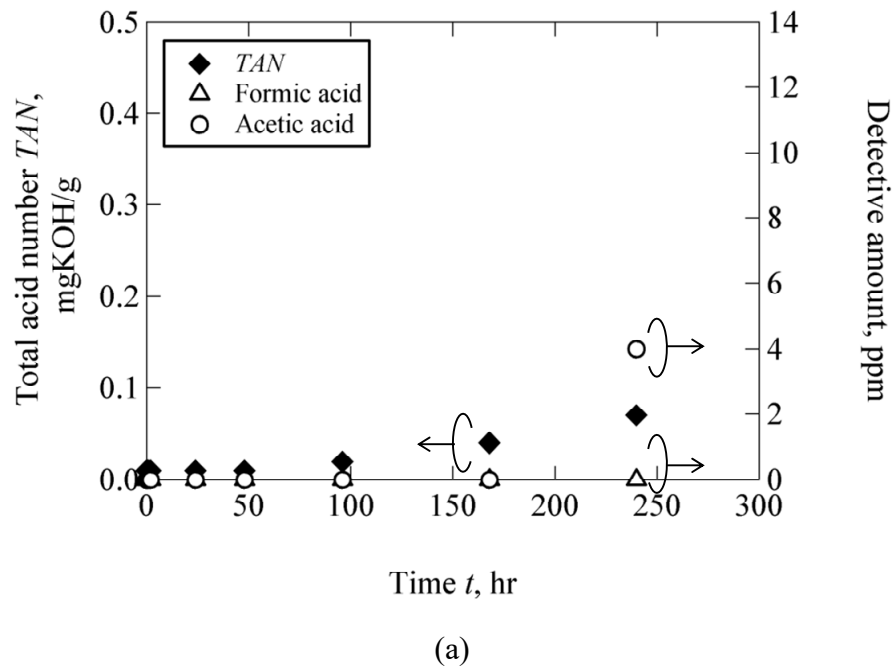


Fig. 3.9 Fuel degradation degree; (a) in JIS2, and (b) in biodiesel fuel with water.

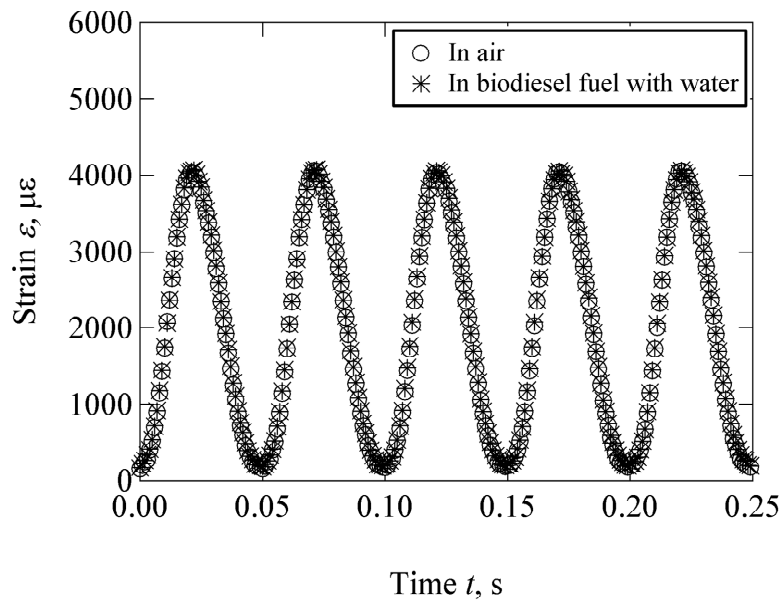


Fig. 3.10 Strain waveform in case of  $F_{\max} = 10110 \text{ N}$ ,  $F_{\min} = 510 \text{ N}$ , and  $f = 20 \text{ Hz}$ .

って、開発した設備は含水バイオ燃料中における疲労強度評価設備として妥当であると判断し、疲労強度データを取得することとした。

### 3.3.2 疲労試験結果

含水バイオ燃料中における疲労試験結果を Fig. 3.11 に示す。なお、 $80^\circ\text{C}$  の大気中と JIS2 中の疲労試験結果を併せて示す。縦軸に応力振幅  $\sigma_a$ 、横軸に破断繰返し数  $N_f$  をそれぞれ対数で示している。また、傾斜部の破線は最小二乗法で求めた各条件における平均線である。先ず大気中と JIS2 中を比較すると短寿命側から  $N_f = 10^7$  までの長寿命側において疲労強度差は見られなかった。次に含水バイオ燃料中の疲労強度を大気中、および JIS2 中の疲労強度と比較すると、 $N_f < 2 \times 10^5$  では含水バイオ燃料中の疲労強度は大気中、JIS2 中よりも低かった。しかし、 $N_f > 2 \times 10^5$  では疲労強度差は小さくなる傾向が見られた。

Fig. 3.12 にステアケース法で求めた  $N_f = 10^7$  の疲労限度  $\sigma_w$  の結果を示す。含水バイオ燃料中で  $\sigma_w = 388 \text{ MPa}$  (標準偏差  $s = 26 \text{ MPa}$ )、大気中で  $\sigma_w = 385 \text{ MPa}$  ( $s = 16 \text{ MPa}$ )、JIS2 中で  $\sigma_w = 388 \text{ MPa}$  ( $s = 14 \text{ MPa}$ ) となり、疲労限度は概ね一致した。



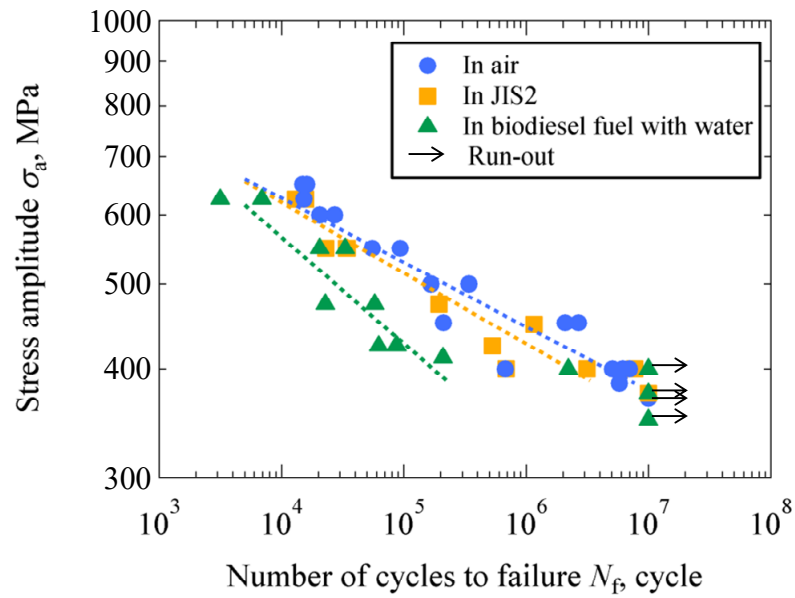


Fig. 3.11  $S$ - $N$  diagram of SCM415 tested in air, in JIS2, and in biodiesel fuel with water.

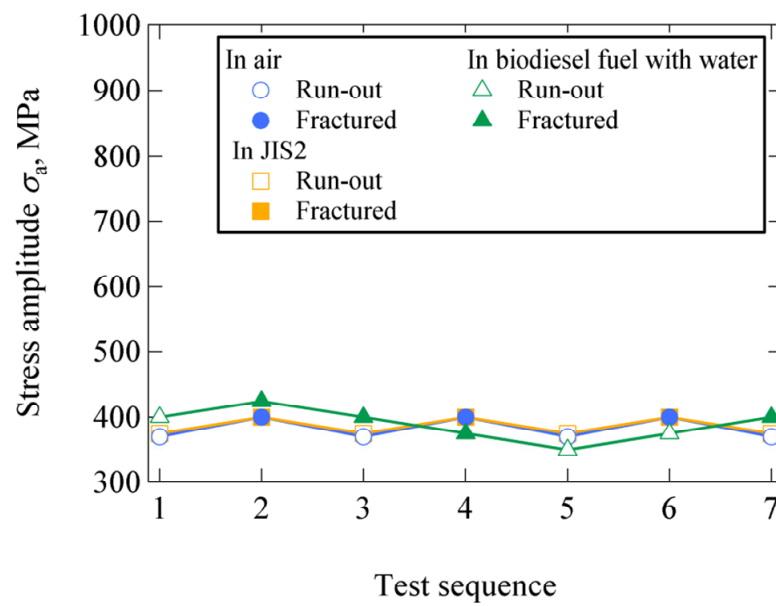


Fig. 3.12 Result of fatigue limit at  $N_f = 10^7$  by staircase method.

### 3.3.3 破面, 表面観察結果

含水バイオ燃料中の疲労強度変化の原因を調査するため, 試験片の破壊起点を SEM で観察した. 大気中で試験を行った試験片の代表的な破面を Fig. 3.13 に, JIS2 中で試験を行った試験片の代表的な破面を Fig. 3.14 に, そして含水バイオ燃料中で試験を行った試験片の代表的な破面を Fig. 3.15 にそれぞれ示す. 起点位置は表面と, 内部の2パターン確認できた. すべての試験条件において, 起点部にはファセットが見られ (SEM 写真上で点線で囲った領域), 表面のすべり帯を起点とする破面は存在しなかった. また, 起点部周りには粒内破壊とファセットの混在領域が見られた. 表面起点の一部のものと, 内部起点のものには介在物が確認でき, 内部起点の一部にはフィッシュアイが観察された (Fig. 3.15 (d)). 起点部に見られた介在物を EDS で元素分析を行った結果を Fig. 3.16 に示す. 介在物からは被削性向上のために添加した Bi (ビスマ

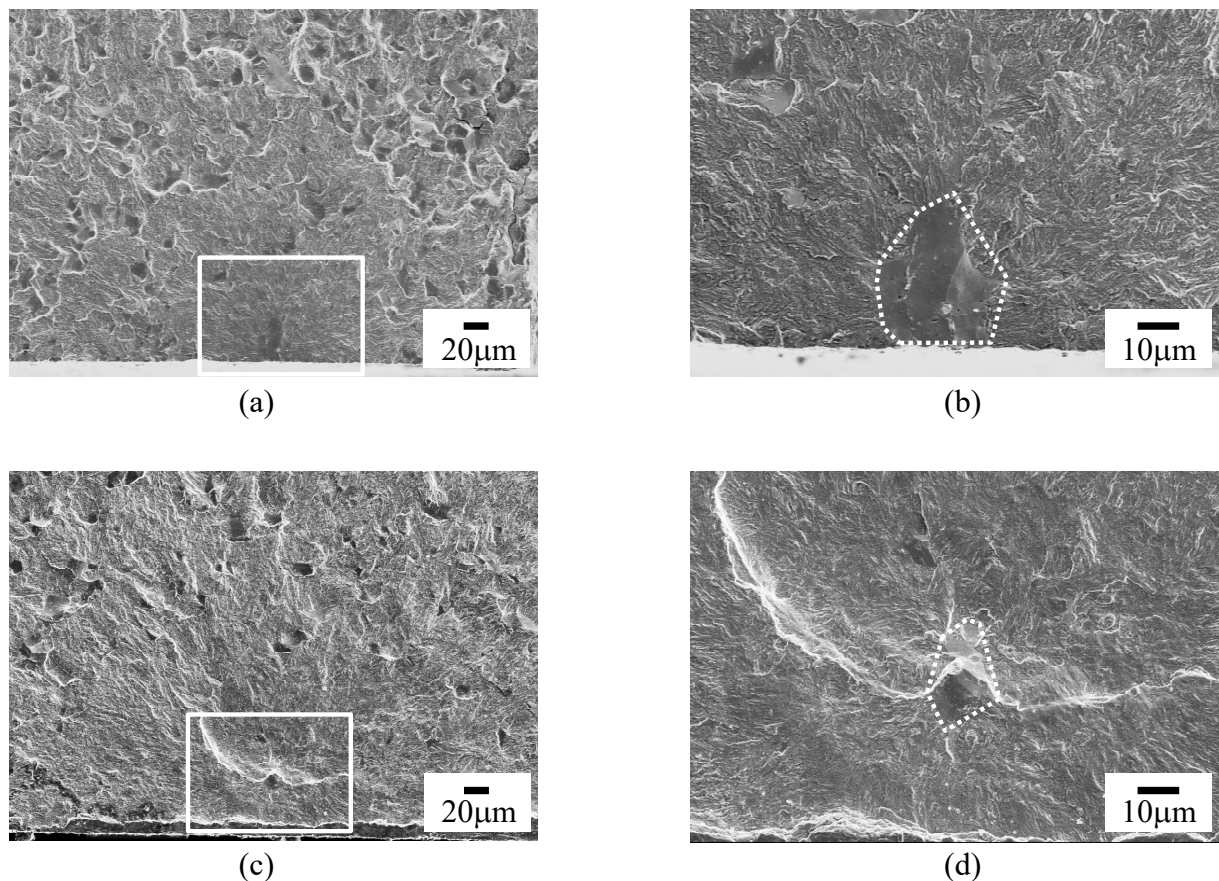


Fig. 3.13 SEM images of fracture surface tested in air; (a) surface origin in the case of  $\sigma_a = 600$  MPa,  $N_f = 2.1 \times 10^4$ , (b) facet observed at the rectangular area indicated in (a), (c) internal origin in the case of  $\sigma_a = 400$  MPa,  $N_f = 6.1 \times 10^6$ , and (d) facet observed at the rectangular area indicated in (c).

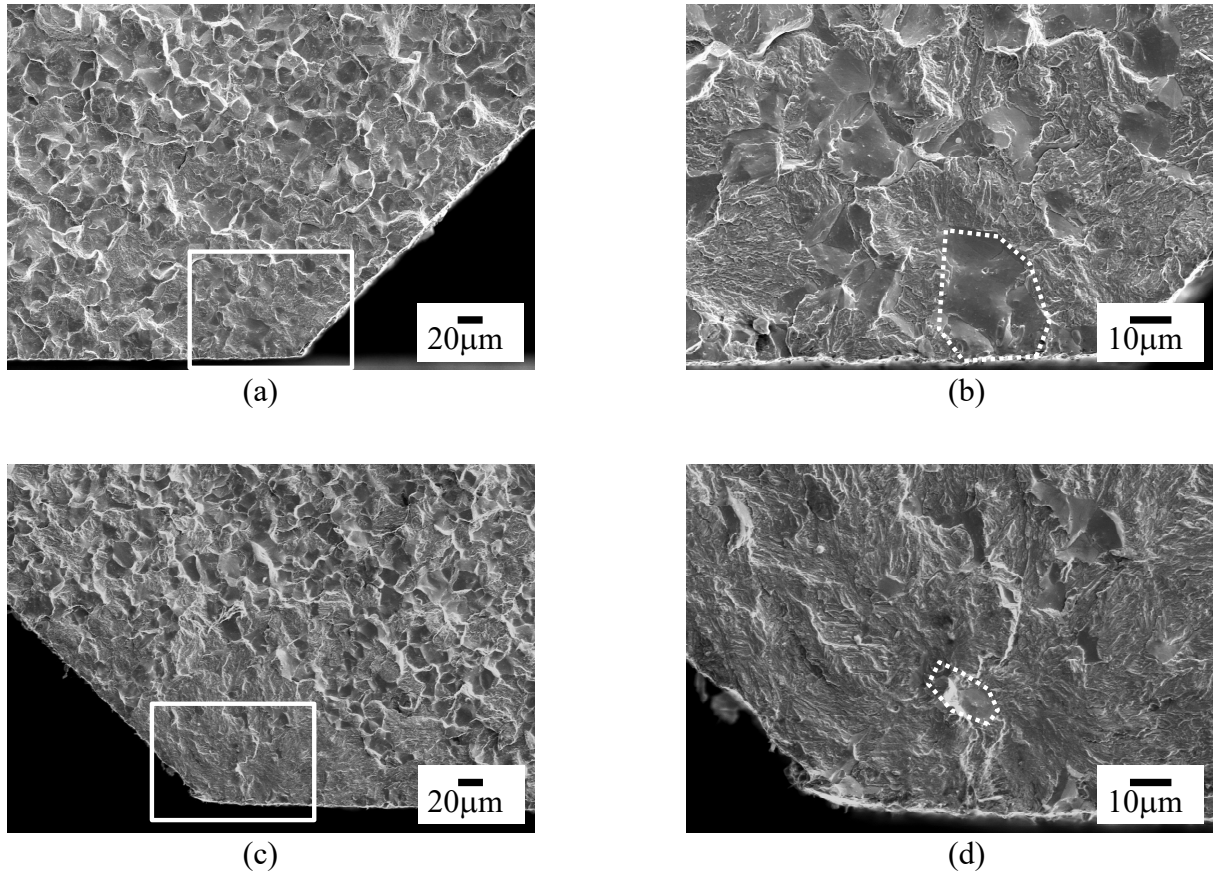


Fig. 3.14 SEM images of fracture surface tested in JIS2; (a) surface origin in the case of  $\sigma_a = 550$  MPa,  $N_f = 1.0 \times 10^4$ , (b) facet observed at the rectangular area indicated in (a), (c) internal origin in the case of  $\sigma_a = 400$  MPa,  $N_f = 3.1 \times 10^6$ , and (d) facet observed at the rectangular area indicated in (c).

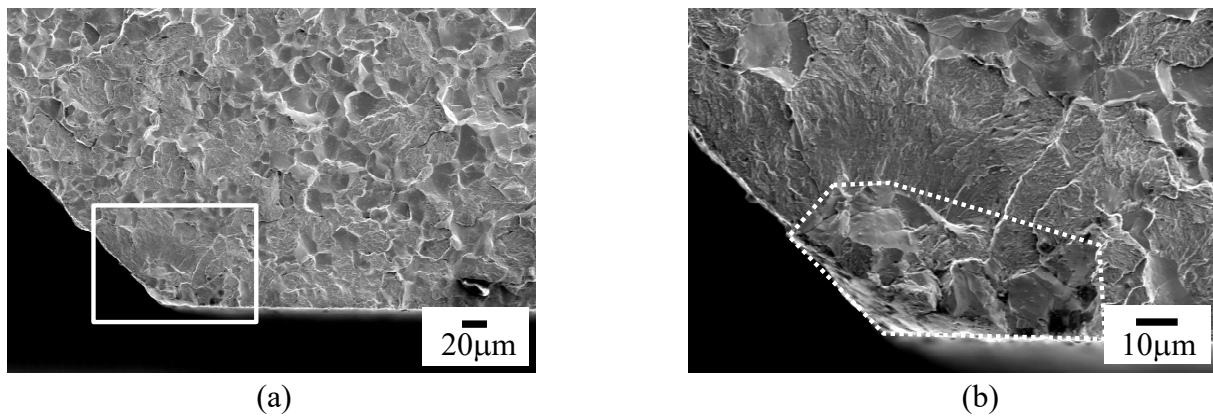


Fig. 3.15 SEM images of fracture surface tested in biodiesel fuel with water; (a) surface origin in the case of  $\sigma_a = 425$  MPa,  $N_f = 8.8 \times 10^4$ , (b) facet observed at the rectangular area indicated in (a), (c) internal origin in the case of  $\sigma_a = 400$  MPa,  $N_f = 2.2 \times 10^6$ , and (d) facet observed at the rectangular area indicated in (c).

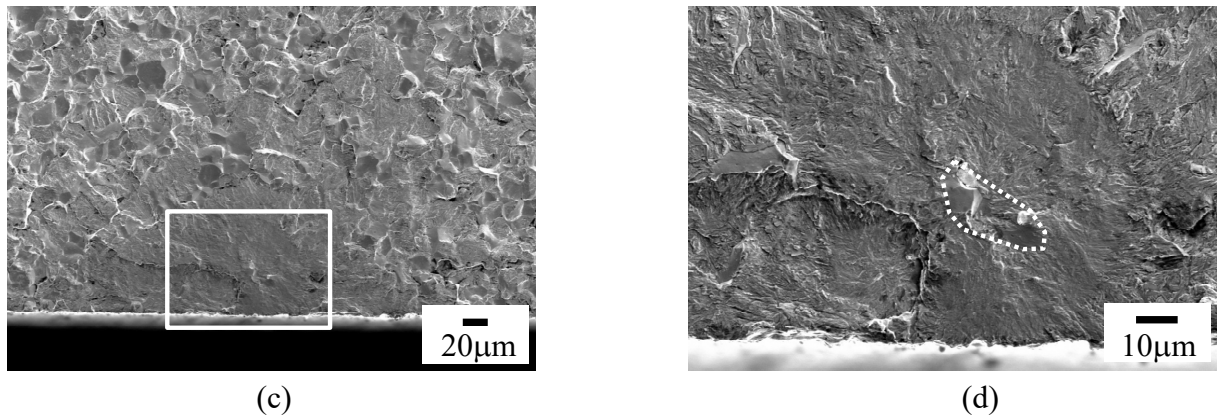


Fig. 3.15 (Continued).

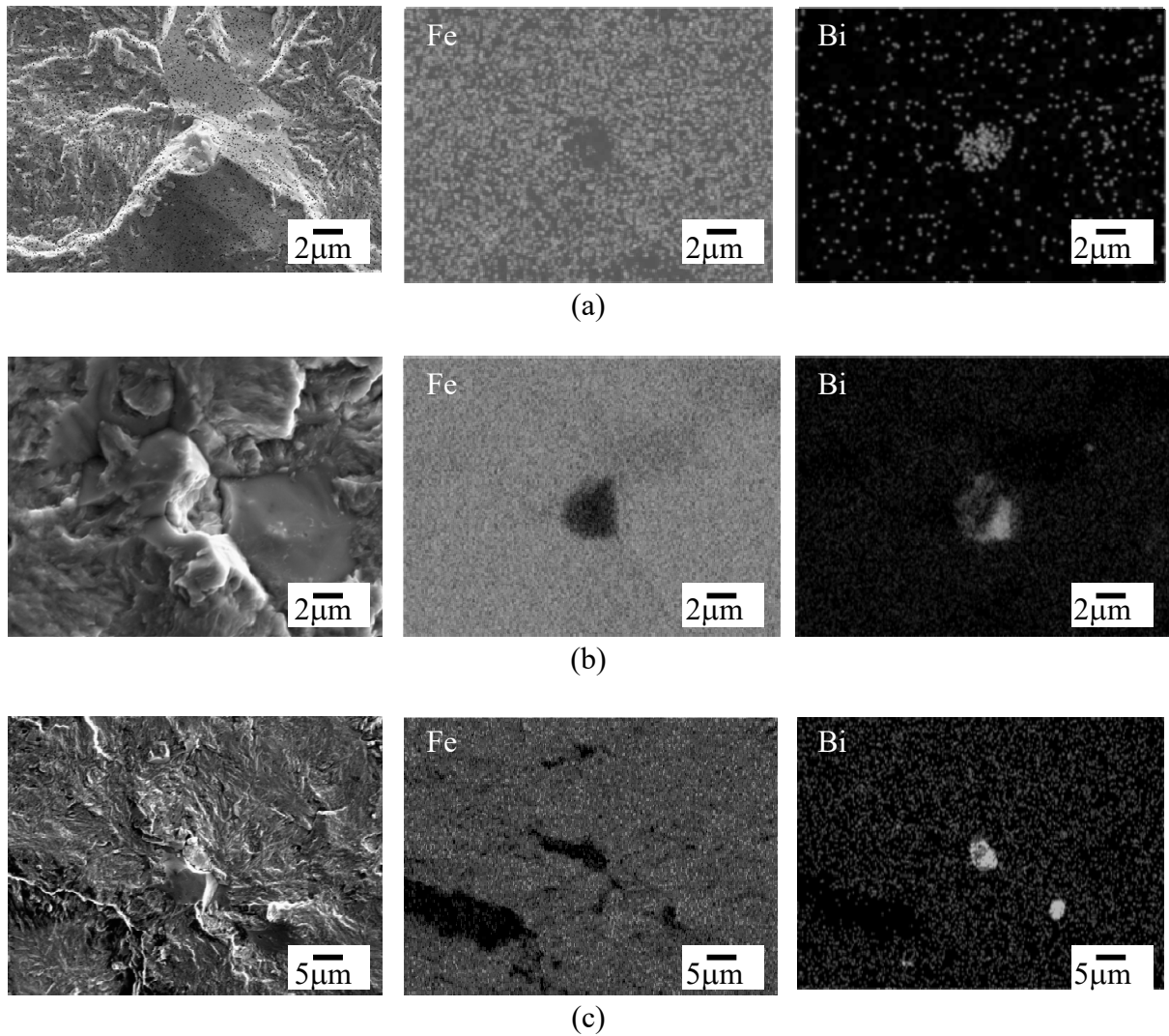


Fig. 3.16 EDS elemental mapping images of Fe and Bi; (a) tested in air,  $\sigma_a = 400$  MPa,  $N_f = 6.1 \times 10^6$ , (b) tested in JIS2,  $\sigma_a = 400$  MPa,  $N_f = 3.1 \times 10^6$ , and (c) tested in biodiesel fuel with water,  $\sigma_a = 400$  MPa,  $N_f = 2.2 \times 10^6$ .

ス)を検出した。

試験片の破面を 30°傾け、起点部近傍の表面を SEM で観察した結果を Fig. 3.17 に示す。起点部が Fig. 3.17 (b), (e)のように潰れているものが一部あったが、起点部とその周りには明確な腐食痕は確認できず、試験環境の違いで有意差はなかった。

### 3.3.4 破壊起点別の $S-N$ 線図

起点部の破面観察結果より、破壊起点位置の違いで  $S-N$  線図を層別し直した結果を Fig. 3.18 に示す。大気中および JIS2 中で試験を行った試験片のうち、 $N_f < 3 \times 10^4$  の短寿命側で表面起点型破壊のものがあったが、 $5 \times 10^4 < N_f < 10^7$  の範囲では内部起点型破壊であった。一方、含水バイオ燃料中の表面起点型破壊は大気中よりも疲労強度が低下した  $N_f < 2 \times 10^5$  の範囲まで見られ、疲労強度差が小さくなる  $N_f > 2 \times 10^6$  の長寿命側になると大気中と同様、内部起点型破壊に変わることを確認した。

すなわち、含水バイオ燃料中で疲労強度が低下していた領域は、起点が表面のファセットで、大気中に比べ長い繰返し数まで表面起点型破壊になるという特徴があることが分かった。

### 3.3.5 起点部ファセットの破壊形態

浸炭焼入れ鋼や軸受鋼などの高強度鋼における短寿命側の疲労破壊は、表面のすべり帯を起点とした破壊になることが報告されている[3,4]。今回、短寿命側の破壊において、表面のすべり帯からではなく表面のファセットを起点とした破壊になった原因を調べるため、起点部に見られたファセットの破壊形態、すなわちファセットが粒内割れか、もしくは旧 $\gamma$ 粒界に沿った粒界割れかを特定することとした。

まず、表面起点型破壊の一对の破面に対し、起点部のファセット上で FIB (Focused Ion Beam : 集束イオンビーム) により断面加工を行った。そして、両破面の起点部断面の結晶方位を TSL ソリューションズ社製の EBSD (Electron BackScatter Diffraction : 電子線後方散乱法, 型名 : DigiviewIV) で調べ、起点部の結晶方位差から破壊形態を特定することとした。測定は  $50 \times 20 \mu\text{m}^2$  の領域を  $0.1 \mu\text{m}$  の間隔で行った。破面に対

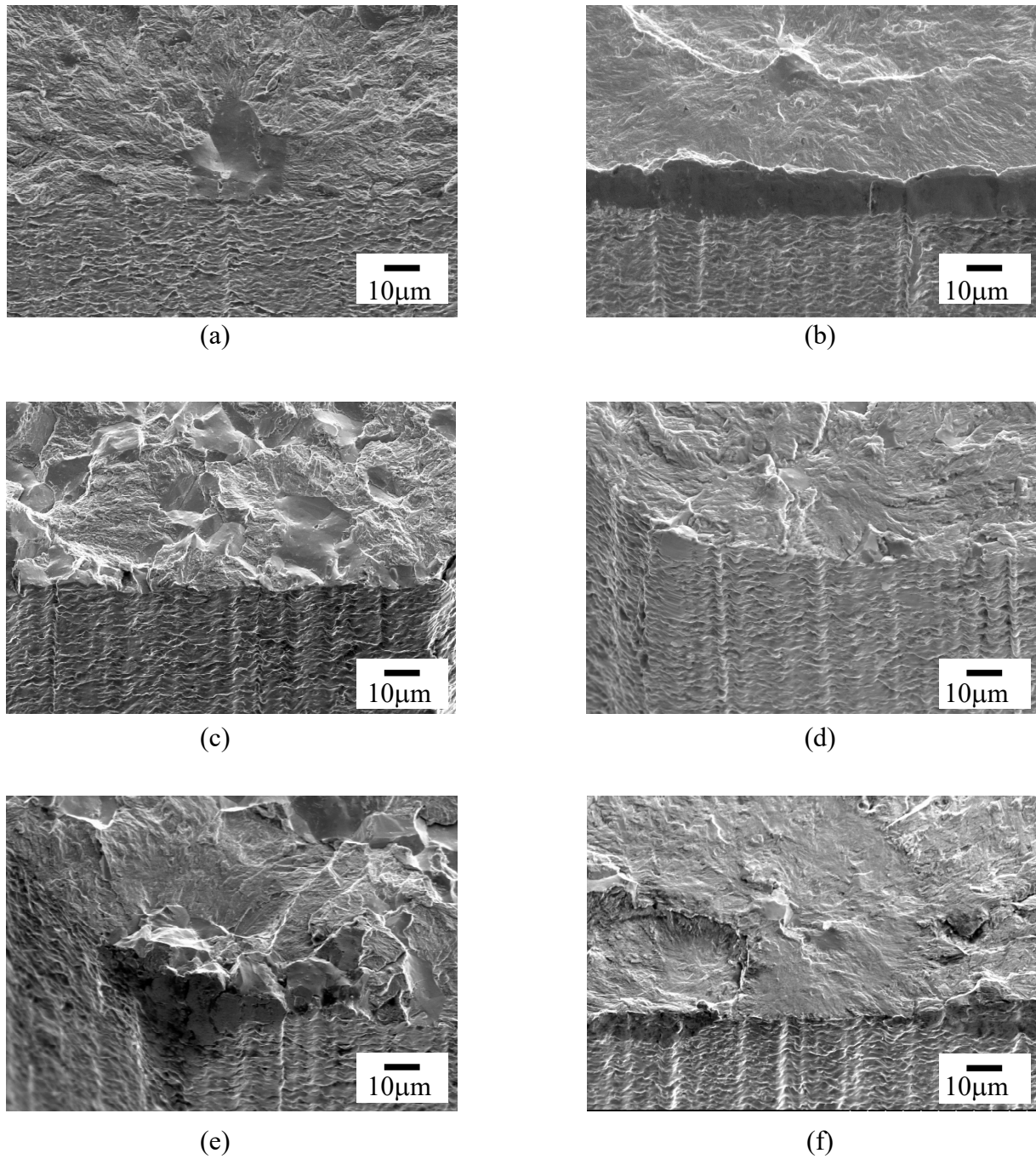


Fig. 3.17 SEM images of tensile side surface near the fracture origin when the fracture surface is tilted by 30°; (a) tested in air,  $\sigma_a = 600$  MPa,  $N_f = 2.1 \times 10^4$ , (b) tested in air,  $\sigma_a = 400$  MPa,  $N_f = 6.1 \times 10^6$ , (c) tested in JIS2,  $\sigma_a = 550$  MPa,  $N_f = 1.0 \times 10^4$ , (d) tested in JIS2,  $\sigma_a = 400$  MPa,  $N_f = 3.1 \times 10^6$ , (e) tested in biodiesel fuel with water,  $\sigma_a = 425$  MPa,  $N_f = 8.8 \times 10^4$ , and (f) tested in biodiesel fuel with water,  $\sigma_a = 400$  MPa,  $N_f = 2.2 \times 10^6$ .



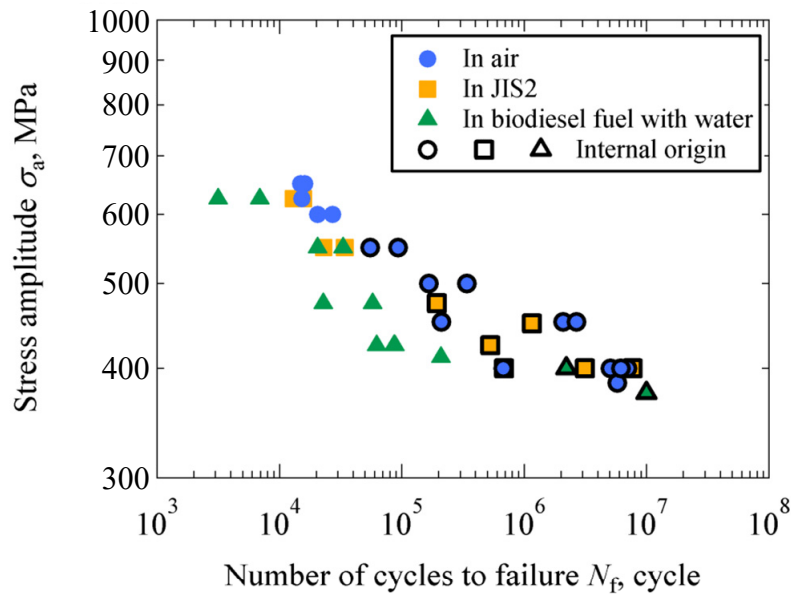


Fig. 3.18 S-N diagram classified into each location of the fracture origin.

しND（Normal Direction：垂直方向）方向のIPF map（Image Pole Figure map：結晶方位マップ）をFig. 3.19に示す．粒内破壊をしている箇所の破面近傍においては，両断面のパケットやブロックの結晶方位を表している色調は一致していることが確認できる．しかし，起点のファセット部の破面近傍においては両断面の結晶方位は一致していない．このことから表面の起点部に見られたファセットは旧 $\gamma$ 粒界に沿った粒界割れである可能性が高いことがわかった．なお，測定点間の回転角が $21.1 \sim 47.1^\circ$ の範囲[5]にある境界を旧 $\gamma$ 粒界と判別し，Fig. 3.19のIPF map中の黒い線および点で示した．

本章で使用した供試材は，真空浸炭焼入れ時に結晶中に固溶できなかった炭素が表面近傍の旧 $\gamma$ 粒界に炭化物として析出していた(Fig. 3.2 (c))．そして，その析出量は試験片平面部よりも角部の方が多い傾向があった(Fig. 3.2 (a), (b))．そこで，島津製作所製のEPMA（型名：EPMA1610）を用いて，試験片断面上で1)平面部の表面から試験片厚み方向と，2)面取り角部の表面から角部を2等分する方向の，計2ヶ所で炭素濃度を測定した．平面部で測定した $n=2$ の炭素濃度の平均値と，角部で測定した $n=4$ の炭素濃度の平均値をFig. 3.20に示す，炭素濃度分布より，表面付近の角部の炭素濃

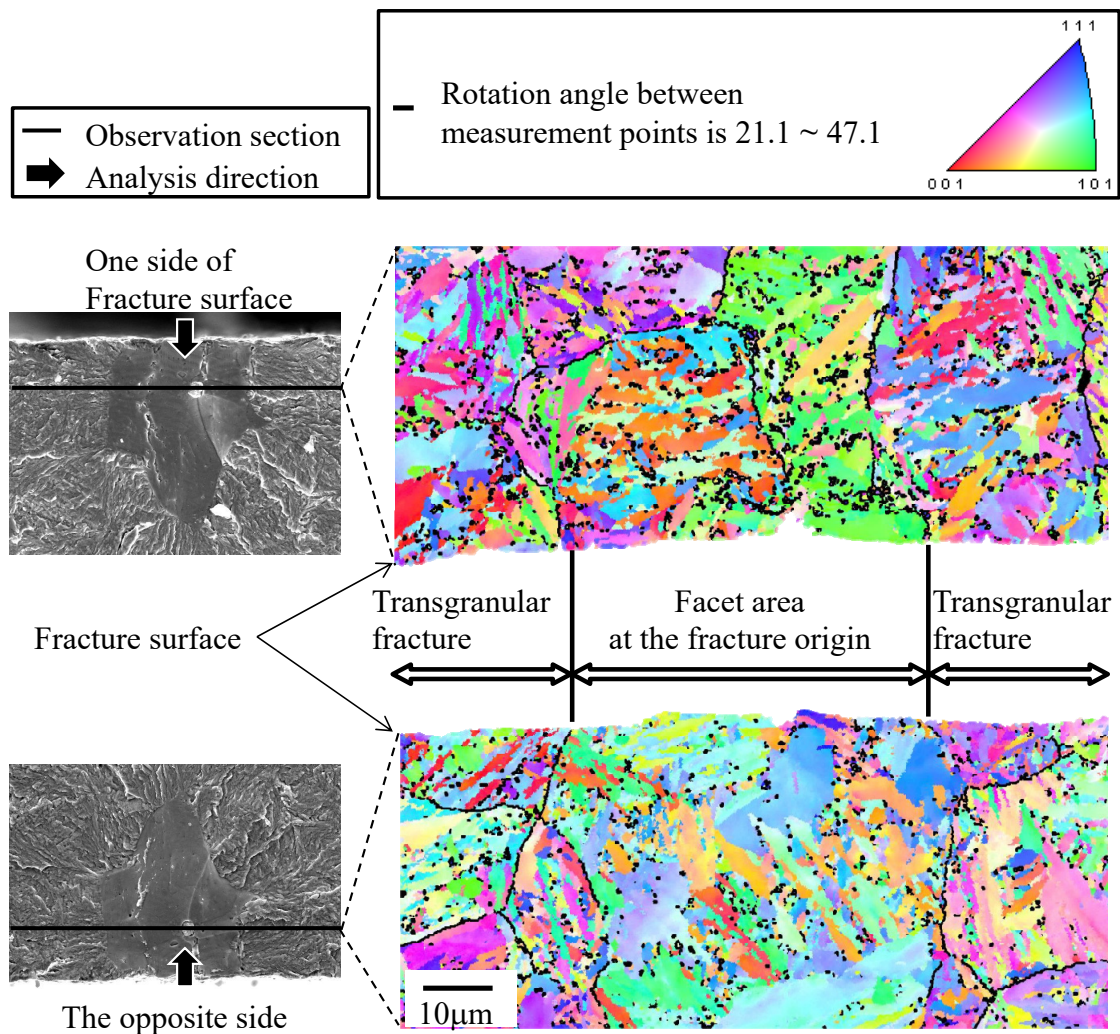


Fig. 3.19 IPF map in the ND at the fracture origin obtained by EBSD which is tested in air,  $\sigma_a = 600 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 2.1 \times 10^4$ .

度は平面部に比べ高い。過去の研究[6]で、試験片の角部においては真空浸炭時の炭素の拡散期に拡散場の重なりができるため、平面部に比べ炭素濃度が高くなり角部には多くの炭化物が析出する傾向があることが報告されている。本章で用いた供試材においても同様のことが起きたと推測される。

また、粒界に析出した炭化物は粒界割れを引き起こし疲労強度が低下することが報告されている[6,7]。短寿命側の大気中や JIS2 中の試験片にも表面の粒界割れを起点とするものが  $n = 9$  あり、また Fig. 3.15 (a)に示すように試験片の角部を起点とするもの



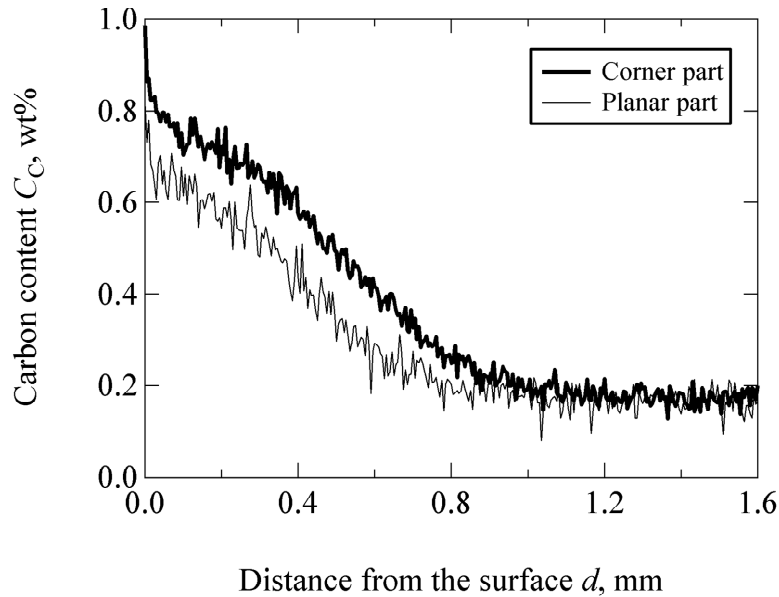


Fig. 3.20 Carbon content distribution measured along the thickness direction.

が、全試験条件の中で  $n = 8$  存在した．これらについては粒界に析出した炭化物の影響により粒界割れが生じた可能性が考えられる．

このように本章で用いた供試材は炭化物の影響により粒界割れが起きやすい状態にあった可能性が考えられる．そして、含水バイオ燃料中ではさらに試験片表面で粒界割れが大気中や JIS2 中に比べ起きやすい状態となり、より長い繰返し数まで表面起点型破壊となり、疲労強度が低下したと考えることができる．

### 3.3.6 粒界割れ面積を用いた $\Delta K_I$ による強度検討

起点部の粒界割れと疲労強度低下との関係を調べるため、表面起点型破壊の粒界割れの面積を  $area_g$  とし、Fig. 3.21 に  $\sqrt{area_g}$  と破断繰返し数  $N_f$  の関係を示す．なお、内部起点型破壊のものについては、介在物とファセットが見られた領域を  $area_f$  とし、 $\sqrt{area_f}$  と  $N_f$  の関係を併せて示した．その結果、大気中や JIS2 中よりも疲労強度が低下した含水バイオ燃料中の表面起点型破壊の  $\sqrt{area_g}$  は、破断繰返し数が長くなるほど、すなわち燃料浸漬時間が長くなるほど大きい傾向が見られた．一方、疲労強度差

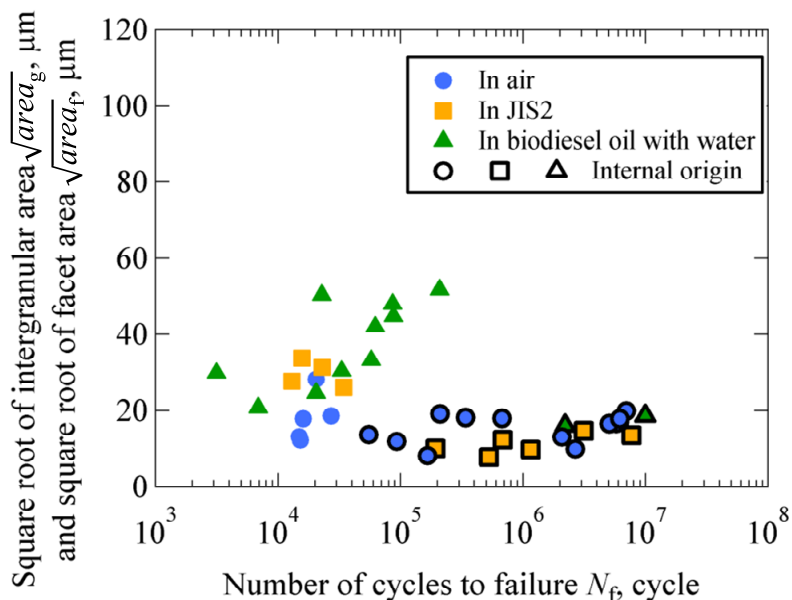


Fig. 3.21 Distribution map of  $\sqrt{area_g}$  and  $\sqrt{area_f}$  at the fracture origin.

が小さくなる内部起点型破壊においては、 $\sqrt{area_f}$  は大気中、JIS2 中、含水バイオ燃料中ともに破断繰返し数が増えてもほぼ同一の値を取り、有意差は見られなかった。

過去の研究から破壊起点の介在物もしくは欠陥起点の大きさ（面積）を  $area$  とし、き裂前縁の応力拡大係数範囲  $\Delta K_I$  を村上ら[8]による次式で求めると、 $\Delta K_I$  は一定の値になることが知られている[3].

$$\Delta K_I = \begin{cases} 0.65\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{area}} & (\text{表面起点}) \\ 0.50\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{area}} & (\text{内部起点}) \end{cases} \quad (3-2)$$

ここで  $\Delta\sigma$ : 応力範囲 ( $= \sigma_{\max} - \sigma_{\min}$ ) である. 式(3-2)の  $\sqrt{area}$  に表面起点の場合は  $\sqrt{area_g}$  を、内部起点の場合は  $\sqrt{area_f}$  を代入し応力拡大係数範囲  $\Delta K_I$  を求めた結果を Fig. 3.22 に示す. 大気中、JIS2 中、含水バイオ燃料中とも表面起点型破壊では  $\Delta K_I =$

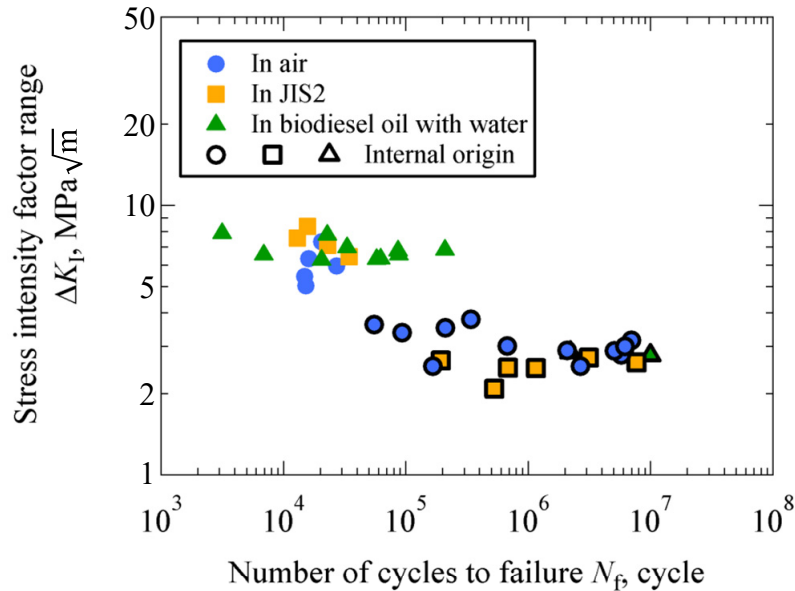


Fig. 3.22 Relationship between stress intensity factor range and number of cycles to failure.

5.0 ~ 8.4 MPa√m, 内部起点型破壊では $\Delta K_I = 2.1 \sim 3.8$  MPa√m となり起点位置の違いで分けると各環境下の $\Delta K_I$ は概ね一定となった。 $\sqrt{\text{area}_g}$ を用いると疲労破壊が始まる $\Delta K_I$ が一定になったことから、短寿命側における含水バイオ燃料中の強度低下原因の一つは、内部起点の破壊が起こる前に表面起点部の粒界割れ面積が増加することと考えられる。一方で、 $\sqrt{\text{area}_f}$ に差が見られなかった長寿命側においては、起点位置が内部にあるため、含水バイオ燃料の影響を受けず強度に差が生じなかった可能性が考えられる。

### 3.3.7 起点部周りのファセット率

破壊起点に見られた粒界割れ以外に、含水バイオ燃料中で試験を行った試験片に破面の特徴がないか調べるため、破面観察で起点部周りに見られた粒内破壊とファセットの混在領域で、破面上に占めるファセット率を調べ、試験環境の違いで比較した。測定した試験片は表面起点型破壊をした中で、大気中で試験を行った $\sigma_a = 625$  MPa,  $N_f$

$= 1.5 \times 10^4$  と  $\sigma_a = 500$  MPa,  $N_f = 3.4 \times 10^5$ , そして含水バイオ燃料中で試験を行った  $\sigma_a = 625$  MPa,  $N_f = 3.1 \times 10^3$  と  $\sigma_a = 475$  MPa,  $N_f = 5.8 \times 10^4$  である. 横軸に破壊起点部から測定位置までの距離  $d_f$  を, 縦軸に測定位置を中心に  $128 \times 90 \mu\text{m}^2$  の領域に占めるファセット率  $F_r$  をとり, 整理した結果を Fig. 3.23 に示す. 両試験環境の高応力側同士 ( $\sigma_a = 625$  MPa) と, 低応力側同士 (大気中は  $\sigma_a = 500$  MPa, 含水バイオ燃料中は  $\sigma_a = 475$  MPa) を比較すると, どちらの応力水準に対しても含水バイオ燃料中の方が大気中に比べ起点部周りのファセット率は高い傾向を示した. また, 含水バイオ燃料中と大気中の疲労強度差が大きくなる低応力側の方が, 破壊起点から深い位置までファセット率に差が見られた. ファセット率に差が見られた領域は, 高応力側で起点部から約  $165 \mu\text{m}$ , 低応力側で起点部から約  $460 \mu\text{m}$  で, いずれも真空浸炭の熱処理で焼入れ硬化した表層部の狭い領域であったが, 疲労き裂の進展過程においても含水バイオ燃料が何らかの影響を及ぼしている可能性が示唆された.

そこで, 起点部周りに見られた試験環境の違いによるファセット率の違いと, き裂進展速度との関係を, FRASTA 法 (FRActure Surface Topography Analysis) [9-14] を用いて調査した. FRASTA 法とは, 一对の破面の三次元形状のデータをコンピューターに取り込み, 両面の間隔を徐々に離していくことで両面間の隙間, すなわち破面の形成がどのようにできたかを算出し, 破壊のプロセスを再現する手法である. き裂進展

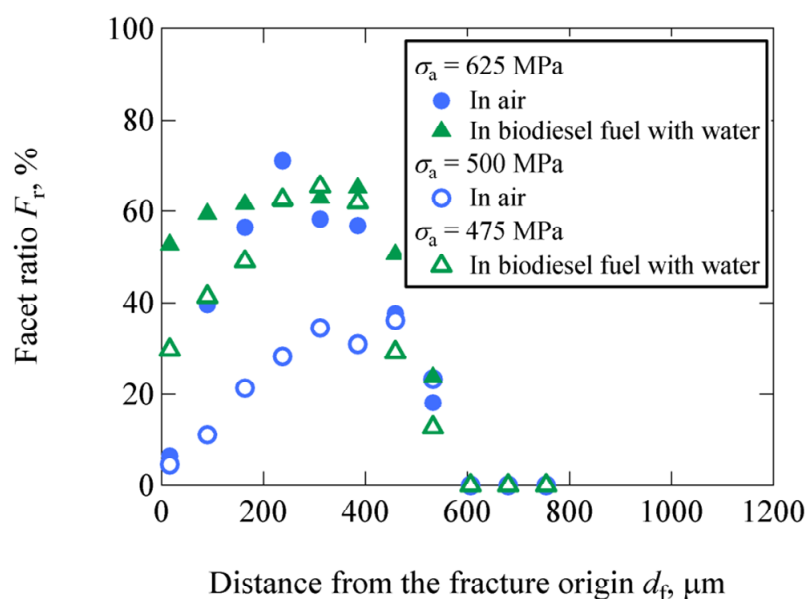


Fig. 3.23 Facet ratio around the fracture origin.

過程ではき裂先端に塑性変形を伴うが、一旦破面が形成されると応力は開放されて変形は起こらなくなり、破面形状はそのまま維持される。したがって、破面の形成過程を読み解く事で、き裂の進展状態や試験片が受けた塑性変形の状態の変化が分かると考えられている。ファセット率を測定した、大気中で試験を行った $\sigma_a = 625 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 1.5 \times 10^4$ の試験片と、含水バイオ燃料中で試験を行った $\sigma_a = 625 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 3.1 \times 10^3$ の試験片に対し、三次元破面像構築用ソフト（ソフト名：MeX）を用いて三次元形状データを作成し、FRASTA 解析を行った。解析範囲は起点部を含む  $0.40 \times 0.55 \text{ mm}^2$  の領域である。き裂発生時から両破面を  $12 \text{ }\mu\text{m}$  間隔で離れた時の、き裂面を上から見た破断面投影図を Fig. 3.24 に示す。黒い部分は上下破面が重なっていることを示し、白い部分は隙間があることを、すなわちき裂が形成されたことを示している。各図の下に表示した数値は、破面間距離を表している。両破面とも角部付近の表面の起点部からき裂が進展していることが確認できる。Fig. 3.24 の破断面投影図を基に算出した破断面積  $S_f$  と、破面間距離  $d_s$  の関係を Fig. 3.25 に示す。ファセット率に差が見られた領域（起点部から約  $165 \text{ }\mu\text{m}$  の領域）は破断面積が  $0.1 \text{ mm}^2$  の範囲に相当するが、この範囲を含め含水バイオ燃料中の破面間距離に対する破断面積の増加傾向は、大気中と等しく有意差は見られない。このことから起点部周りに見られたファセット率の違いでは、き裂進展速度に差は生じない可能性が示唆された。

以上の結果より、含水バイオ燃料中の疲労強度低下には、起点部に見られた粒界割れ面積の増加が深く関係していると考えられる。

### 3.3.8 含水バイオ燃料の試験片への影響

表面起点部の粒界割れ面積の増加の原因を明らかにするため、試験片に及ぼす含水バイオ燃料の影響をさらに調査することとした。バイオ燃料の主成分である脂肪酸メチルエステルは有機酸が発生することが知られている[15,16]。Fig. 3.9 (b)に示した疲労試験中の含水バイオ燃料の性状変化より、ギ酸や酢酸の濃度は低いが全酸価の値は  $0.1 \text{ mgKOH/g}$  弱を推移しており、含水バイオ燃料中に上記以外の酸が存在していたことになる。Fig. 3.17 に示した起点部近傍の表面の SEM 写真から判断すると、含水バイオ燃料に浸漬したことによる腐食は確認できないが、試験片の全表面において全く腐食が起きていなかったかを、バフ研磨を施した試験片で再確認することとした。

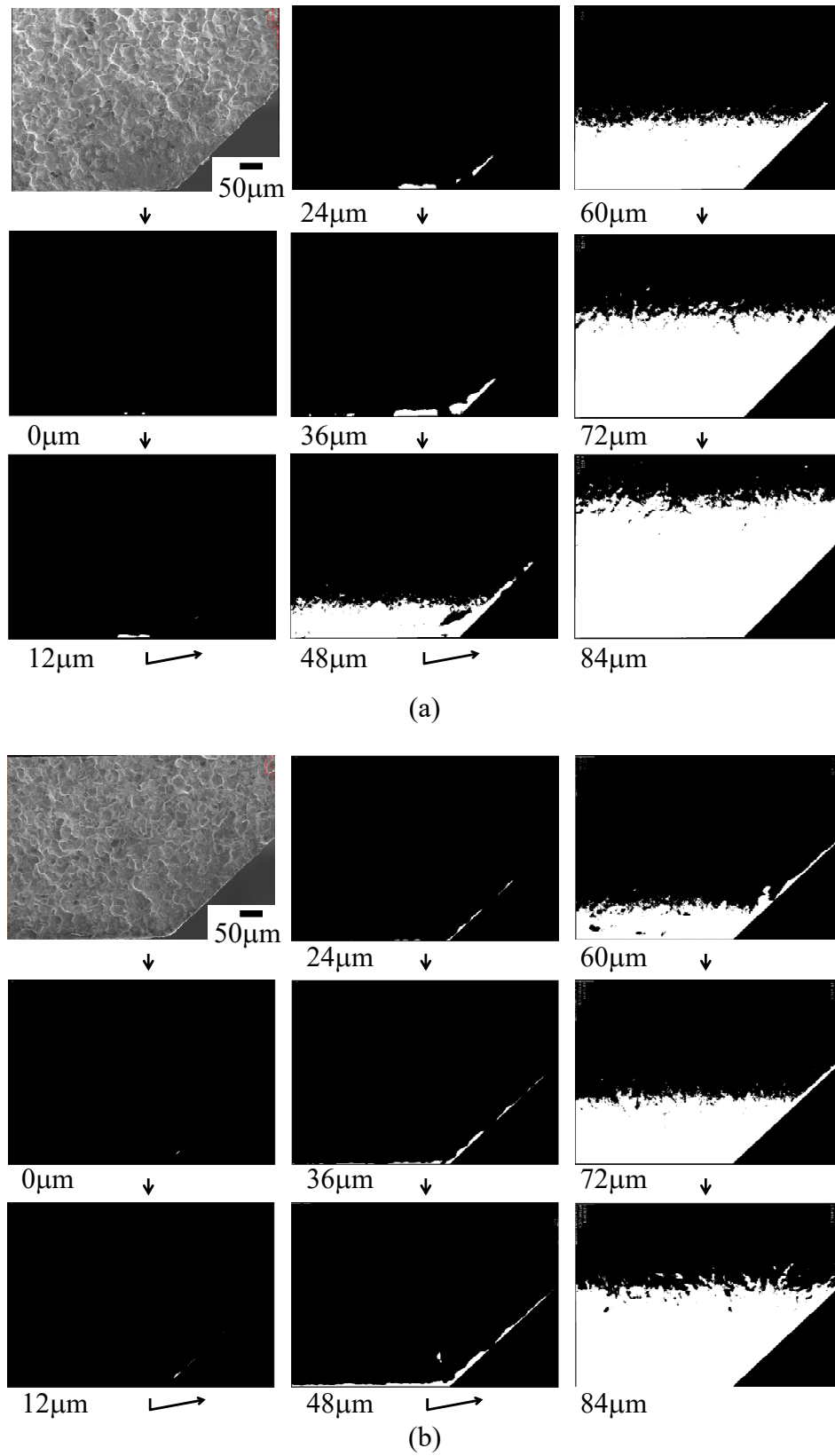


Fig. 3.24 Series of fractured area projection plots; (a) tested in air,  $\sigma_a = 625$  MPa,  $N_f = 1.5 \times 10^4$ , and (b) tested in biodiesel fuel with water,  $\sigma_a = 625$  MPa,  $N_f = 3.1 \times 10^3$ .

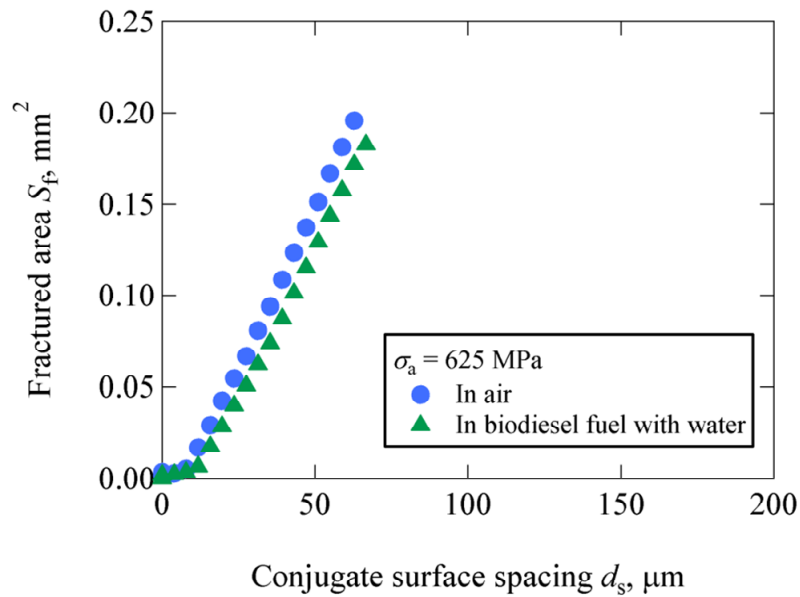


Fig. 3.25 Fractured area as function of conjugate surface spacing.

疲労試験に使用した同一形状の試験片を用いて、引張応力を負荷する面にバフ研磨を施し（バフ研磨後の最大高さ粗さ  $Rz$  を  $n = 2$  の試験片で測定した結果、平均値は  $0.20 \mu\text{m}$  であった）、疲労強度が低下した  $N_f = 10^5$  に相当する約 3 hr,  $\sigma_a = 350 \text{ MPa}$  の繰返し荷重を負荷した。試験前後における試験片表面の SEM 観察結果を Fig. 3.26 (a), (b)に、また Fig. 3.26 (b)の観察場所における EDS 分析結果を Fig. 3.26 (c)に示す。SEM 写真から試験前には見られなかった面荒れが確認でき、EDS による元素分析で面荒れ箇所から酸素 (O) を検出した。このことから、この面荒れは腐食によって起きたと考えることができ、含水バイオ燃料中では試験片表面で極軽微な腐食反応が起きることが確認できた。

以上の結果から、時間もしくは繰返し数に依存した起点部の粒界割れ面積の増加の原因は、含水バイオ燃料による極軽微な粒界腐食、または腐食によって発生した水素 [17]による粒界脆化の可能性が示唆された。

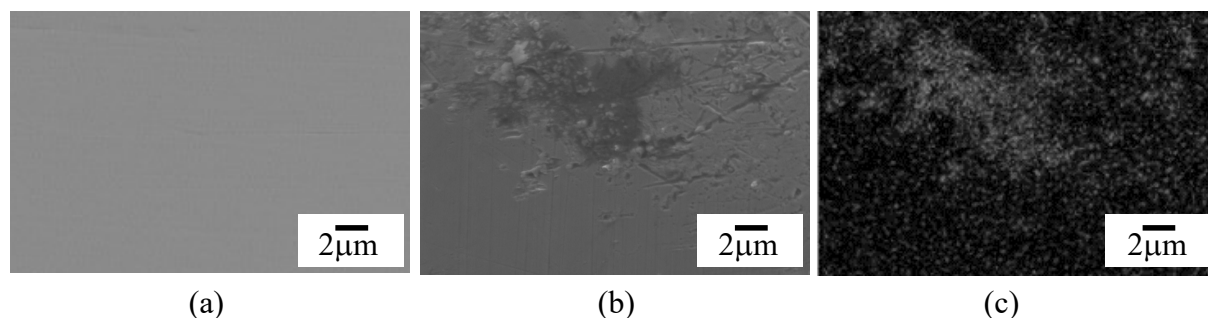


Fig. 3.26 Results of specimen surface observation at the different area; (a) before the fatigue test, (b) after the fatigue test in biodiesel fuel with water,  $\sigma_a = 350$  MPa,  $N_f = 10^5$ , and (c) EDS elemental mapping images of oxygen at the same area of (b).

### 3.4 ま と め

本章では燃料中の疲労強度評価手法を確立し、浸炭焼入れ鋼 SCM415 の含水バイオ燃料中の疲労強度の明確化と強度低下の原因を検討した。

まず、コモンレールシステムの部品の使用環境である燃料中で疲労強度を評価するため、既存設備に燃料循環設備を組み合わせて、燃料中の4点曲げ疲労強度評価設備を作製した。評価手法の妥当性を検証するため、含水バイオ燃料中で試験片に発生するひずみを実測したところ、負荷荷重から算出したひずみに対し+0.14 %となり、含水バイオ燃料中において狙い通りの引張応力を試験片表面に負荷できることを確認した。したがって作製した評価設備は含水バイオ燃料中の疲労強度評価手法として妥当であると判断した。

次に、試験温度と燃料性状を部品の使用条件に合わせて疲労試験を実施したところ、含水バイオ燃料中の疲労強度は短寿命側で大気中および JIS2 中に比べ低下した。しかし、長寿命側ではその差は小さくなり、疲労限度は各環境下で概ね一致した。試験後の破面観察から、破壊起点はファセットで、起点位置は表面と、内部の2パターンが確認できた。また、一部の破面の起点には介在物 Bi が確認できた。破壊起点別の  $S-N$  線図より、含水バイオ燃料中で疲労強度が低下した試験片の破壊起点は表面のファセットで、結晶方位解析からこのファセットは粒界割れである可能性が高いことが分かった。表面の粒界割れの面積を  $area_g$  とすると、含水バイオ燃料中の  $\sqrt{area_g}$  は破断繰



返し数が増えるほど大きい傾向を示した． $\sqrt{area_g}$  を用いて求めた $\Delta K_I$  は，試験環境に関係なく概ね一定の値となったことから，含水バイオ燃料中における強度低下原因の一つは，表面起点部の粒界割れ面積が増加することと考えられる．

含水バイオ燃料中の疲労強度低下原因が他にないか，起点部周りのファセット率を試験環境の違いで比較した．その結果，ファセット率は大気中の試験片に比べ高い傾向を示した．しかし，FRASTA 解析からファセット率の違いでは，き裂進展速度に差は生じない可能性が示唆された．したがって，含水バイオ燃料中の疲労強度低下には，起点部に見られた粒界割れ面積の増加が深く関係していると考えられる．

そこで，粒界割れ面積の増加の原因を明らかにするため，試験片表面にバフ研磨を施した試験片を用いて含水バイオ燃料中で疲労試験を行ったところ，試験後に表面に極軽微な腐食痕が確認できた．したがって，強度低下原因の一つである粒界割れ面積の増加は，腐食または腐食によって発生した水素による脆化で起きた可能性が示唆された．

一方，疲労強度が低下しなかった長寿命側の破壊起点位置は内部であった．そのため，含水バイオ燃料の影響を受けずに強度に差が生じた可能性が考えられる．

## 参考文献

- [1] N. Kawagoishi, Y. Maeda, E. Kinoshita, K. Hayashi, H. Maeda and K. Kariya, “Effect of Biodiesel Fuel on a Fatigue Crack Growth Behavior of Al Cast Alloy”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 78, No. 796, pp. 1602-1609 (2012).
- [2] The Japan Society of Mechanical Engineers Standard, Standard Method of Statistical Fatigue Testing, JSME S 002-1994 (1994).
- [3] T. Sakai, M. Takeda, N. Tanaka, M. Kanemitsu, N. Oguma and K. Shiozawa, “*S-N* Property and Fractography of High Carbon Chromium Bearing Steel over Ultra Wide Life Region under Rotating Bending”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 67, No. 663, pp. 1805-1812 (2001).
- [4] T. Nakamura, M. Kaneko, T. Noguchi and K. Jinbo, “Relation between High Cycle Fatigue Characteristics and Fracture Origins in Low-Temperature-Tempered Cr-Mo Steel”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 64, No. 623, pp. 1820-1825 (1998).
- [5] N. Bernier, L. Bracke, L. Malet and S. Godet, “An Alternative to the Crystallographic Reconstruction of Austenite in Steels”, Materials Characterization, Vol. 89, pp. 23-32 (2014).
- [6] T. Morita, T. Matsumura and M. Umemoto, “Effect of Excess Carburizing at Edge on Fatigue Strength of Vacuum Carburizing Steels”, Denki Seiko, Vol. 79, No. 1, pp. 15-23 (2008).
- [7] K. Okamoto, M. Tominaga, H. Ono and Y. Nishiyama, “Effects of Microstructure in the Carburized Layer on the Fatigue Strength of Vacuum Carburized Cr-Mo Steel (SCM420)”, The Japan Institute of Metals and Materials, Vol. 46, No. 8, pp. 827-834 (1982).
- [8] Y. Murakami, “Metal Fatigue: Effect of Small Defects and Nonmetallic Inclusions”, Yokendo Ltd (1993), p.265.
- [9] Y. Chuman and M. Yamauchi, “Development of Quantitative Fracture Surface Analysis by FRASTA”, Mitsubishi Heavy Industries technical review, Vol. 34, No.4,

- pp. 292-295 (1997).
- [10] T. Kobayashi, “Fracture Process Reconstruction Method (FRASTA) and Its Hidden Potential”, *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol. 65, No.11, pp. 801-811 (2016).
  - [11] M. Kikuchi, H. Miyamoto, H. Otoyō and M. Kuroda, “Study on Ductile Fracture of Aluminum Alloys (Observation of the Fracture Process by FRASTA and FEM Simulation)”, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 56, No. 523, pp. 589-597 (1990).
  - [12] T. Miura, T. Sakakibara, S. Mimura, T. Kuno, S. Kikuchi, A. Ueno and T. Sakai, “Fractographical Investigation on Mechanism of Interior-Induced Fatigue Fracture of SUP7 Steel for Hot Formed Springs”, *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol. 65, No.11, pp. 801-811 (2016).
  - [13] S. Yamasaki, T. Takahashi and T. Kobayashi, “Analysis of Crack Initiation and Propagation process in Delayed Fracture by FRASTA (Fracture-Surface Topography Analysis) Method”, *Tetsu-to-Hagané*, Vol. 80, No. 9, pp. 679-684 (1994).
  - [14] A. Shibata, T. Matsuoka, A. Ueno and N. Tsuji, “Fracture Surface Topography Analysis of the Hydrogen-Related Fracture Propagation Process in Martensitic Steel”, *International Journal of Fracture*, Vol. 205, No. 1, pp. 73-82 (2017).
  - [15] Y. Yoshimoto and E. Kinoshita, “Applied Technology of Vegetable Oils for Diesel Engines -Use of Biodiesel Fuel-”, *Journal of the Combustion Society of Japan*, Vol. 51, No. 156, pp. 121-128 (2009).
  - [16] K. Yamane, “Effect of Antioxidants on Biodiesel Fuel”, *Japan Oils Chemists’ Society*, Vol. 12, No. 5, pp. 189-195 (2015).
  - [17] H. Ikeda, “Hydrogen Embrittlement of High Strength Martensitic Stainless Steels”, *Sanyo Technical Report*, Vol. 9, No.1, pp. 50-58 (2002).



## 第 4 章

# 含水バイオ燃料中の 4 点曲げ疲労特性 に及ぼす表面研磨の効果

### 4.1 はじめに

第 3 章では、浸炭焼入れ鋼 SCM415 を用いて、粗悪燃料を想定した含水バイオ燃料中で 4 点曲げ疲労試験を行い、疲労強度の明確化と強度低下の原因を検討した。その結果、含水バイオ燃料中では表面起点部の粒界割れ面積が増加することで疲労強度が低下し、その原因は極軽微な腐食または腐食によって発生した水素による脆化の可能性が示唆された。一方、起点位置が内部になると、含水バイオ燃料の影響を受けず強度低下を起こさない可能性があることを述べた。したがって、含水バイオ燃料中で疲労強度が低下する時の破壊形態は、表面起点型破壊という特徴があることが分かった。

腐食環境の影響による表面起点型破壊の疲労強度低下を改善する策として、表面処理や圧縮残留応力の付与などが挙げられる。これらの効果を検討した研究はこれまでに多く行われており、例えば江原ら[1]は 13Cr ステンレス鋼を用いて 3% NaCl 滴下式の回転曲げ疲労試験を行い、溶射皮膜の疲労強度向上効果を検討している。その中で、皮膜の気孔率が小さくかつ母材との密着性が良好な皮膜では疲労強度の低下が改善することを報告している。また、久保田ら[2]はばね用鋼に多段ショットピーニングを施し試験片表面から深い領域にまで圧縮残留応力を付与することで、人工腐食ピット加工を施した試験片の疲労強度が向上することを報告している。また、遠藤ら[3]は腐食液中で応力比を変えた疲労試験を行い、圧縮平均応力はき裂進展速度の抑制効果や

腐食の発生抑制効果があることを報告している。一方、三浦ら[4]は食塩水中におけるCr-Mo 鋳鋼の精仕上げ試験片と粗仕上げ試験片の疲労強度は同等で、表面粗さの影響は認められないことを報告している。

そこで本章では、含水バイオ燃料中における疲労強度を向上させるため、試験片の表面に研磨を施し、表面粗さの改善と研削加工層の残留応力[5]による疲労強度向上効果を検討する。そのため、SCM415 の試験片表面に研磨を施し、第3章で確立した燃料中の疲労強度評価手法を用いて、含水バイオ燃料中で4点曲げ疲労試験を行う。そして、第3章で述べた研磨を施していない(熱処理肌の)試験片の疲労強度と比較し、両材の疲労強度差の原因を起点部の破壊形態と、研磨を施したことによる試験片の出来栄の違いから検討する。また、研磨を施した試験片の含水バイオ燃料中と大気中の疲労強度差の原因についても起点部の破壊形態の違いから検討する。

## 4.2 実験方法

### 4.2.1 供試材

供試材はクロムモリブデン鋼 SCM415 で、第3章で使用した同一の丸棒素材から、Fig. 3.1 に示す寸法の試験片を作製し、第3章で述べた真空浸炭の熱処理を施した。その後、引張応力を負荷する面にバフ研磨を施した（以下、P 材 : Polished specimen と称す）。なお、第3章で用いた研磨を施していない試験片を NP 材 (None Polished specimen) と称す。

熱処理後の試験片断面を JIS G 0533 による方法でエッチングをし、平面部の表面近傍を金属顕微鏡で観察した結果を Fig. 4.1 に示す。P 材は NP 材と同様にマルテンサイト組織を呈していた。熱処理後において試験片中心付近の長手方向の断面上で、表面から厚み方向の内部にビッカース硬度  $HV$  を荷重 3 N、保持時間 10 sec の条件で測定した結果を Fig. 4.2 に示す。P 材の表面硬度  $HV$  は 702 で、表面から内部になるにつれ硬度は低下し、JIS による有効硬化層深さは 0.57 mm であった。したがって、NP 材の表面硬度  $HV$  708 および有効硬化層深さ 0.61 mm と差は見られなかった。また、試験片中心と、中心より幅方向に 2 mm 離れた計 3 箇所で測定した長手方向の残留応力  $\sigma_r$

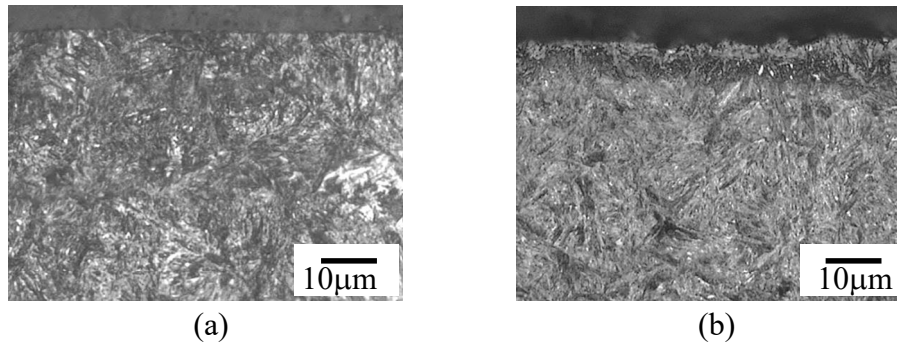


Fig. 4.1 Microstructure of the cross section; (a) at the planar part of polished specimen, and (b) at the planar part of none polished specimen.

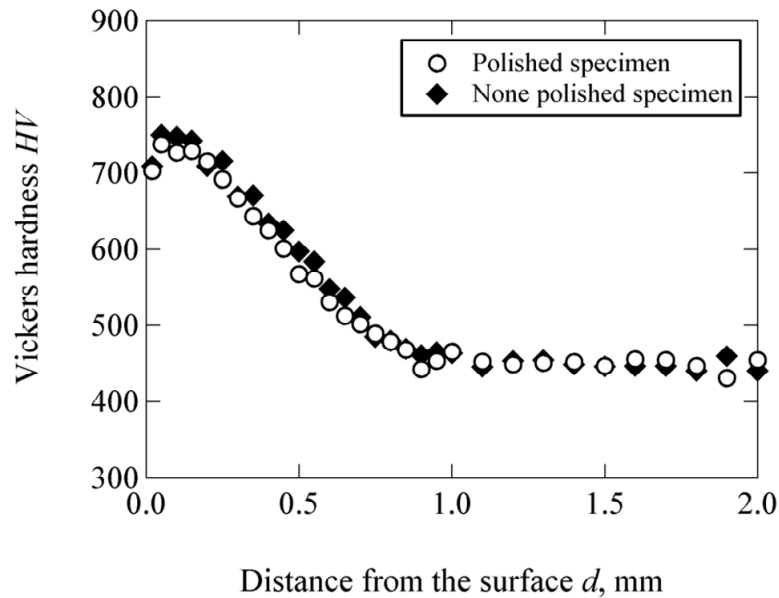


Fig. 4.2 Vickers hardness distribution measured along the thickness direction.

の平均値を Fig. 4.3 に示す．なお，横軸は試験片表面から厚み方向の深さで，残留応力 $\sigma_r$ は Cr-K $\alpha$ 線で(211)回折線を用いて  $\sin^2\psi$ 法により求めた．その結果，P 材の表面残留応力は-408 MPa で，NP 材の-173 MPa に比べ表層部には研磨の影響と思われる高い圧縮残留応力が発生していた．しかし，深さ 10 ~ 80  $\mu\text{m}$  の範囲では両材の残留応力に差は見られなかった．また，引張応力を負荷する面の最大高さ粗さ  $R_z$  を  $n=2$  の試験片で測定した結果，P 材の平均値は 0.20  $\mu\text{m}$  で，NP 材の 2.29  $\mu\text{m}$  に比べ研磨を施したことにより粗さが改善した．したがって，研磨を施したことにより，P 材は NP 材に比べ表面の圧縮残留応力が高くなり，表面粗さが改善したことを確認した．

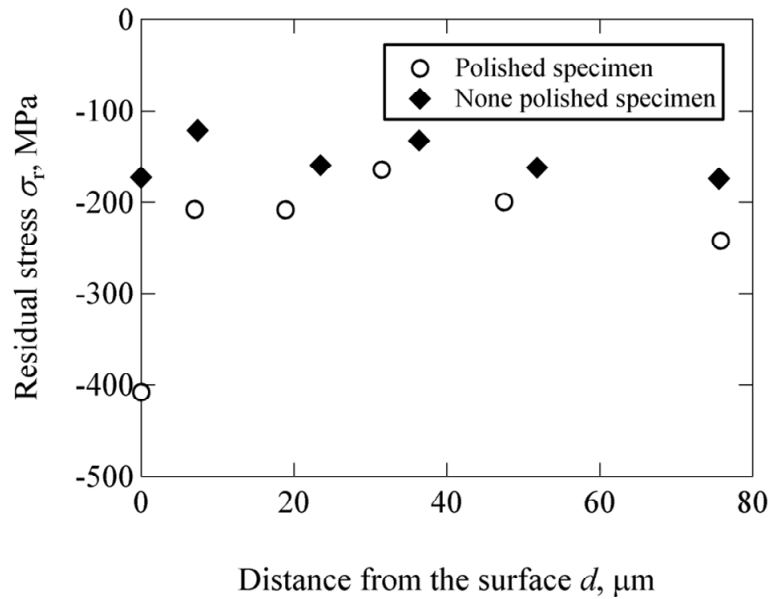


Fig. 4.3 Longitudinal residual stress distribution measured along the thickness direction.

## 4.2.2 疲労試験

燃料中の疲労試験は、第3章で試験方法の妥当性を確認した燃料循環システムを備えた島津製作所製の電気油圧サーボ式疲労試験機（型名：Lab-5）を使用して行った。Fig. 4.4 に評価設備を示す。本章で使用した燃料は含水バイオ燃料で、試験条件は第3章で述べた方法と同一である。Table 4.1 に試験条件をまとめて示す。また、試験片表面に負荷する曲げの引張応力 $\sigma$ の算出も第3章と同様で次式を用いて計算した。

$$\sigma = \frac{3F(L-l)}{2bd^2} \quad (4-1)$$

ここで、 $F$ ：荷重 (N)、 $L$ ：下部スパン (= 30 mm)、 $l$ ：上部スパン (= 10 mm)、 $b$ ：試験片幅 (= 10 mm)、 $d$ ：試験片厚さ (= 6 mm) である。



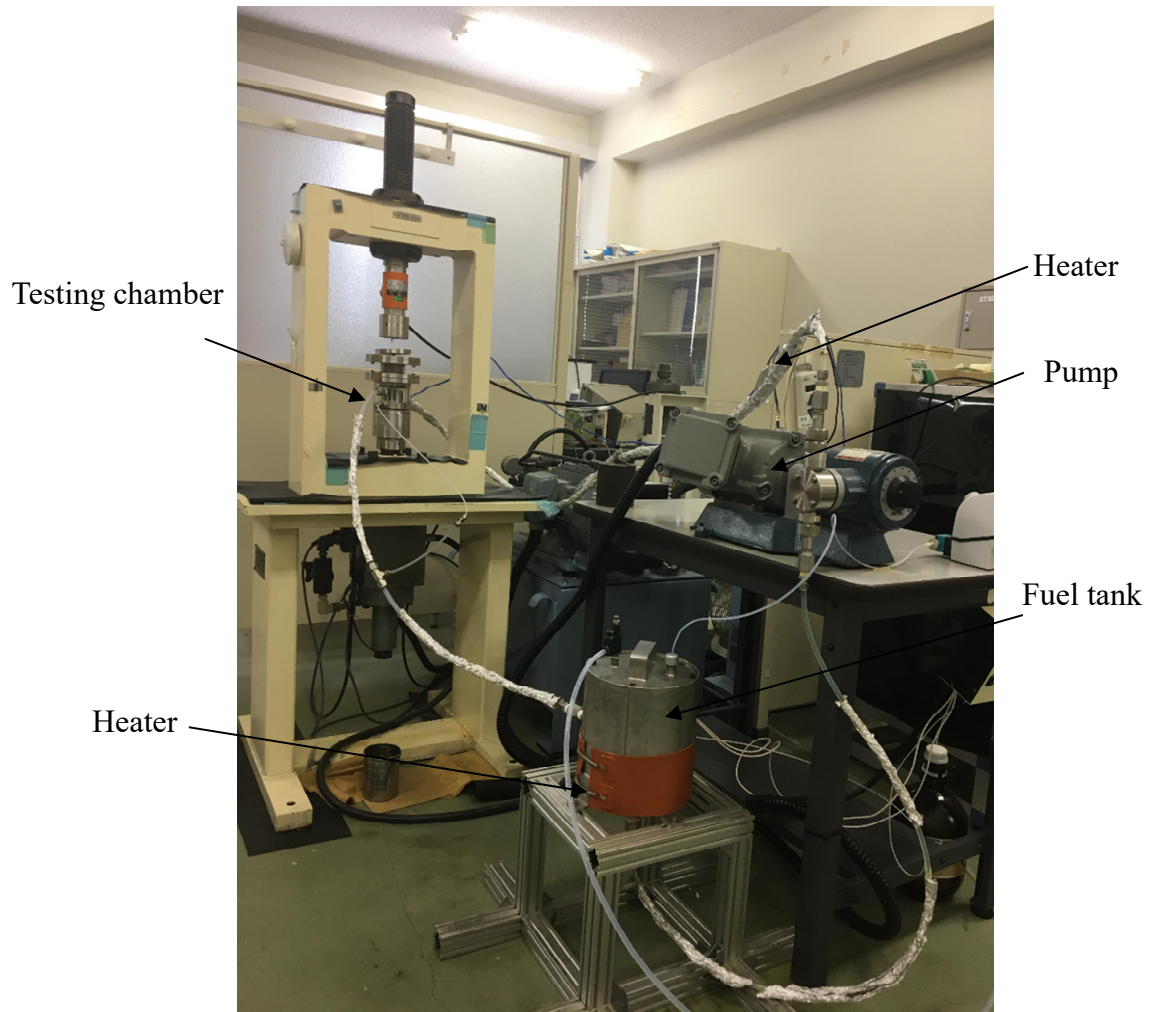


Fig. 4.4 Hydraulic servo fatigue testing machine equipped with fuel circulation system.

## 4.3 実験結果および考察

### 4.3.1 疲労試験結果

含水バイオ燃料中および 80 °C の大気中で行った P 材の疲労試験の結果を Fig. 4.5 に示す．縦軸に応力振幅  $\sigma_a$ ，横軸に破断繰返し数  $N_f$  をそれぞれ対数で示している．また，傾斜部の破線は最小二乗法で求めた各条件における平均線である．なお，研磨有無の違いによる疲労強度を比較するため，第 3 章で述べた NP 材の含水バイオ燃料中

Table 4.1 Fatigue test condition.

|  |   |
|--|---|
| Test method                            | 14S-N   |
| Loading condition                      | 4-point bending   |
| Stress ratio $R$                       | 0.05  |
| Test frequency $f$                     | 20 Hz   |
| Fuel                                   | Biodiesel fuel with water                                   |
| Temperature at the testing chamber $T$ | $80 \pm 3$ °C   |
| Fuel change interval                   | 7 days  |
| Fatigue limit $\sigma_w$               | Fatigue strength at $N_f = 10^7$<br>by Staircase method [6] |

と 80 °C 大気中の試験結果も併せて示す. 先ず, 同一試験環境同士で P 材と NP 材の疲労強度を比較すると, 大気中においては短寿命側から  $N_f = 10^7$  までの長寿命側において両材の疲労強度に差はなく, P 材の表面研磨による疲労強度の向上は見られなかった. 一方, 含水バイオ燃料中においては  $N_f < 2 \times 10^5$  で P 材の疲労強度は NP 材に比

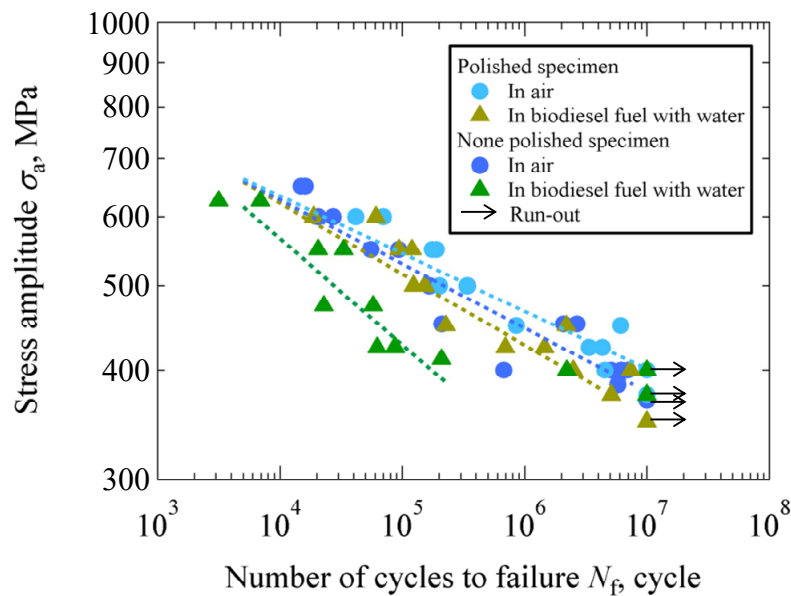


Fig. 4.5  $S$ - $N$  diagram of polished and none polished specimen made of SCM415 tested in air and in biodiesel fuel with water.

べ向上していた。しかし、 $N_f > 2 \times 10^5$  では疲労強度差は小さくなる傾向が見られた。

次に、P 材の含水バイオ燃料中と大気中の疲労強度を比較すると、短寿命側から  $N_f = 10^7$  までの長寿命側において、含水バイオ燃料中の疲労強度は大気中と大きな差は見られなかった。

Fig. 4.6 にステアケース法で求めた  $N_f = 10^7$  の疲労限度  $\sigma_w$  の結果を示す。P 材の疲労限度は含水バイオ燃料中で  $\sigma_w = 379 \text{ MPa}$  (標準偏差  $s = 19 \text{ MPa}$ )、大気中で  $\sigma_w = 404 \text{ MPa}$  ( $s = 19 \text{ MPa}$ ) となり、含水バイオ燃料中でやや低下していたが大きな差はなく、また、NP 材の疲労限度 (含水バイオ燃料中で  $\sigma_w = 388 \text{ MPa}$ 、大気中で  $\sigma_w = 385 \text{ MPa}$ ) とも差は見られなかった。

#### 4.3.2 破面, 表面観察結果

燃料中の疲労強度変化の原因を調査するため、試験片の破壊起点を SEM で観察した。P 材の大気中で試験を行った代表的な破面を Fig. 4.7 に、含水バイオ燃料中で試験を行った代表的な破面を Fig. 4.8 にそれぞれ示す。なお、NP 材の破面観察結果は第 3 章で述べたため割愛する。その結果、起点位置は表面と、内部の 2 パターン確認できた。起点部には表面の場合は粒界割れが、内部の場合はファセットが見られ (SEM 写真上で点線で囲った領域)、起点部周りには粒内破壊とファセットの混在領域が見

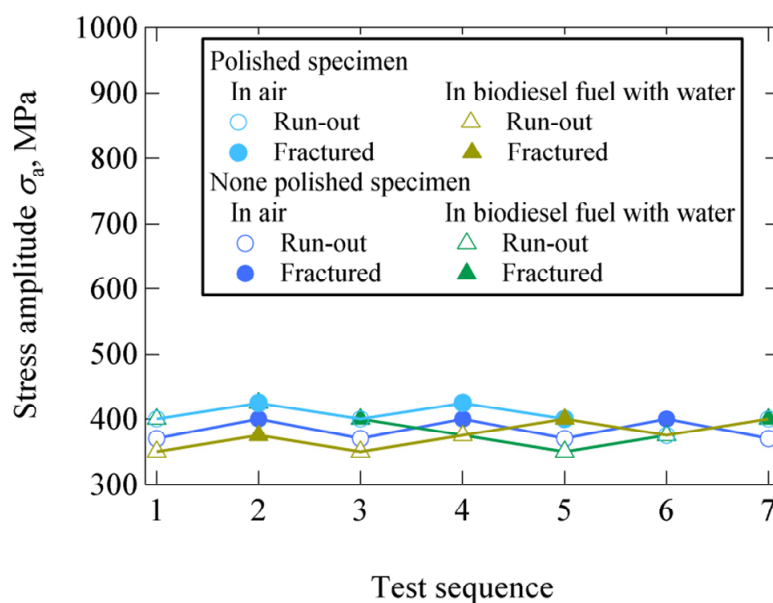


Fig. 4.6 Result of fatigue limit at  $N_f = 10^7$  by staircase method.

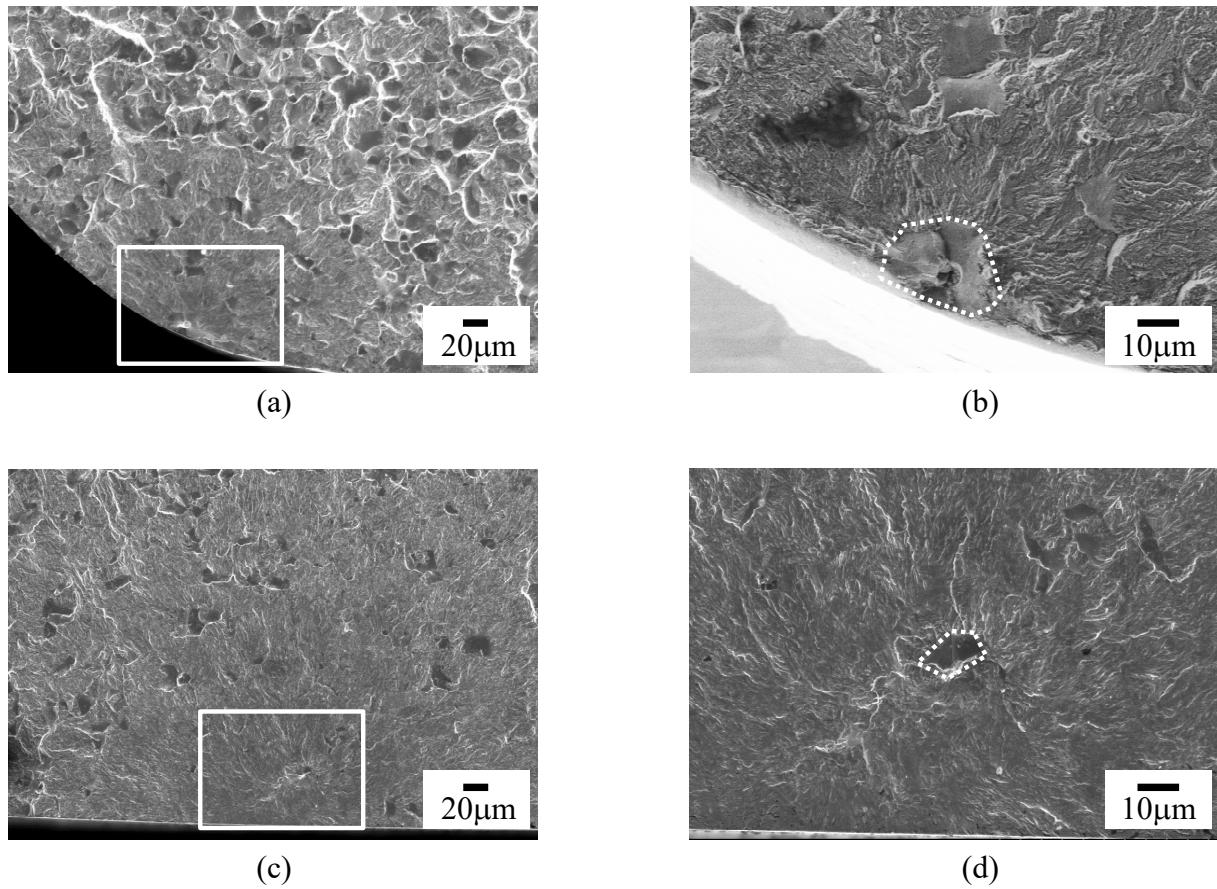


Fig. 4.7 SEM images of fracture surface of polished specimen tested in air; (a) surface origin in the case of  $\sigma_a = 600$  MPa,  $N_f = 4.2 \times 10^4$ , (b) intergranular fracture observed at the rectangular area indicated in (a), (c) internal origin in the case of  $\sigma_a = 425$  MPa,  $N_f = 4.3 \times 10^6$ , and (d) facet observed at the rectangular area indicated in (c).

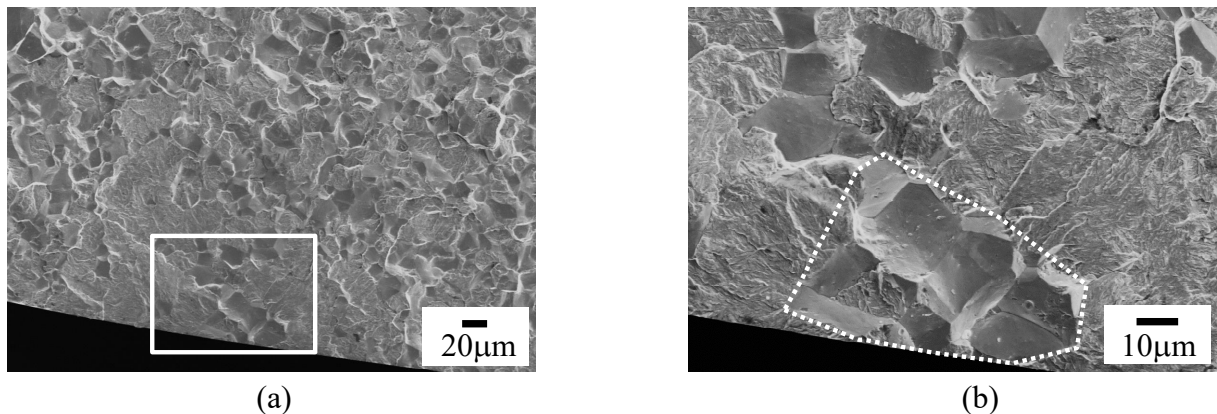


Fig. 4.8 SEM images of fracture surface of polished specimen tested in biodiesel fuel with water; (a) surface origin in the case of  $\sigma_a = 500$  MPa,  $N_f = 1.2 \times 10^5$ , (b) intergranular fracture observed at the rectangular area indicated in (a), (c) internal origin in the case of  $\sigma_a = 375$  MPa,  $N_f = 5.1 \times 10^6$ , and (d) facet observed at the rectangular area indicated in (c).

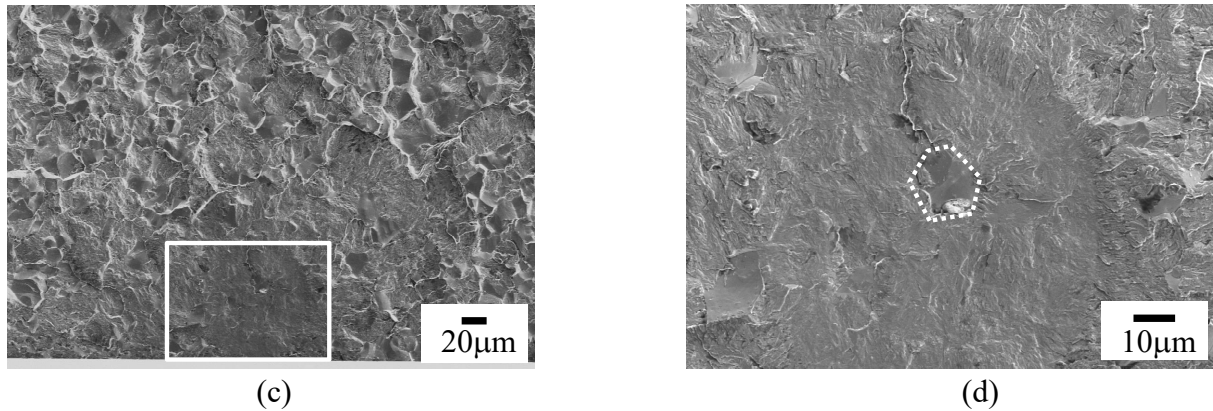


Fig. 4.8 (Continued).

られた. また, 表面起点の一部のものと, 内部起点のものには介在物が確認でき, 内部起点の一部にはフィッシュアイが観察された(Fig. 4.8 (d)). 起点部に見られた介在物を EDS で元素分析を行った結果を Fig. 4.9 に示す. 介在物からは被削性向上のために添加した Bi (ビスマス) を検出した.

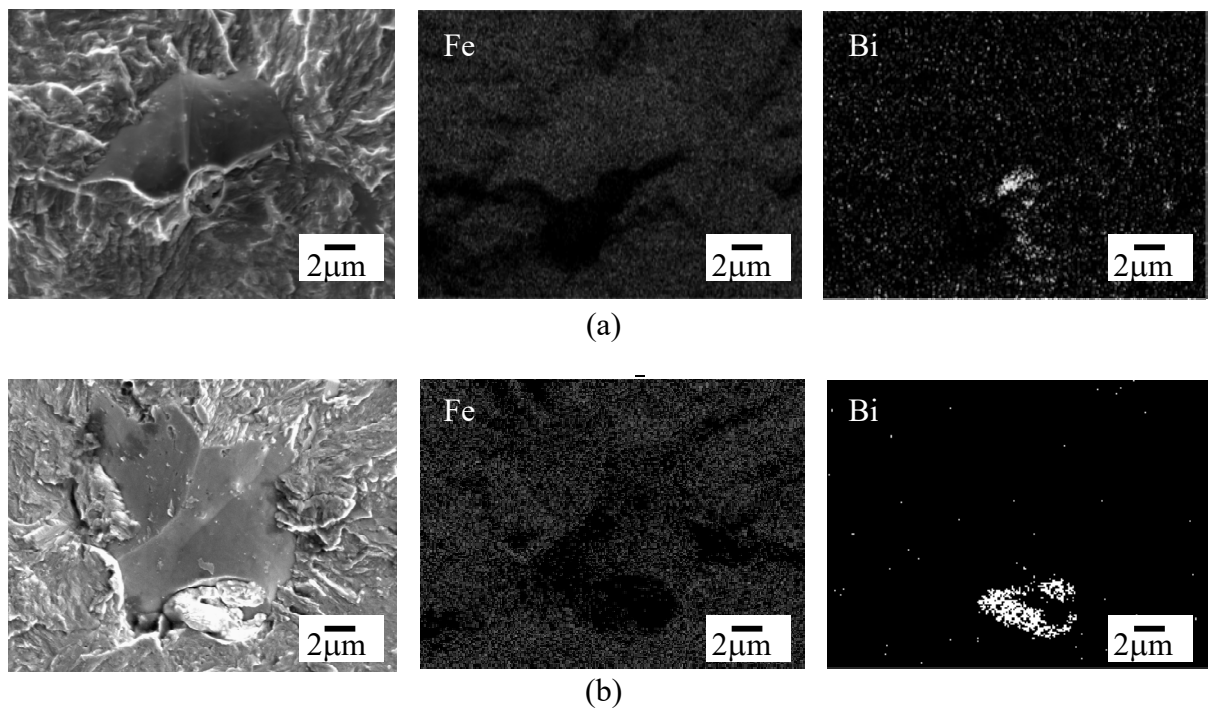


Fig. 4.9 EDS elemental mapping images of Fe and Bi of polished specimen; (a) tested in air,  $\sigma_a = 425$  MPa,  $N_f = 4.3 \times 10^6$ , and (b) tested in biodiesel fuel with water,  $\sigma_a = 375$  MPa,  $N_f = 5.1 \times 10^6$ .



P材の破面を30°傾け、起点部近傍の表面をSEMで観察した結果をFig. 4.10に示す。起点部とその周りには明確な腐食痕は確認できず、試験環境の違いで有意差はなかった。

### 4.3.3 破壊起点別の $S-N$ 線図

起点部の破面観察結果より、破壊起点位置の違いで  $S-N$  線図を層別し直した結果をFig. 4.11に示す。大気中で試験を行ったP材は、 $N_f < 3 \times 10^4$ の短寿命側で表面起点型破壊のものがわずかにあったが、 $5 \times 10^4 < N_f < 10^7$ の範囲では内部起点型破壊であっ

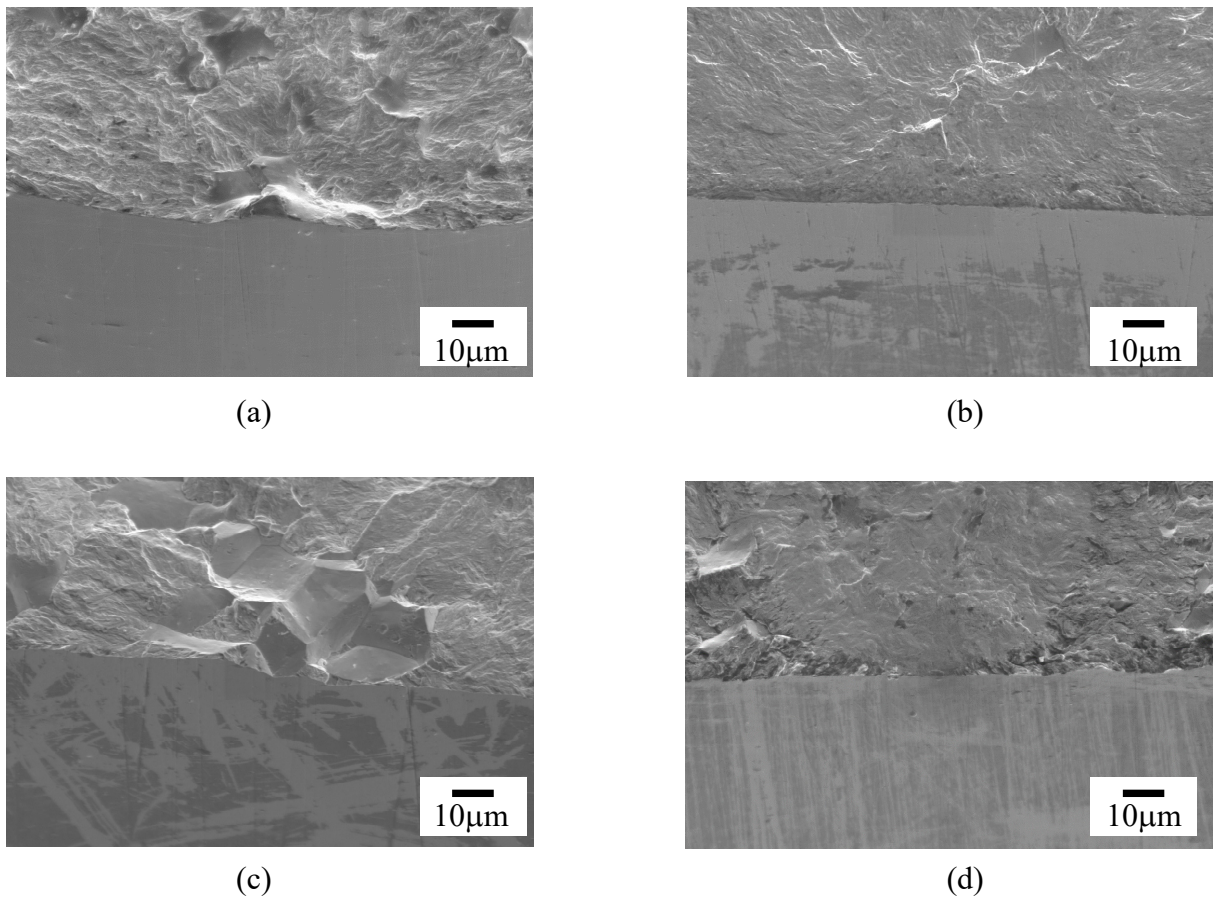


Fig. 4.10 SEM images of tensile side surface near the fracture origin of polished specimen when the fracture surface is tilted by 30°; (a) tested in air,  $\sigma_a = 600$  MPa,  $N_f = 4.2 \times 10^4$ , and (b) tested in air,  $\sigma_a = 425$  MPa,  $N_f = 4.3 \times 10^6$ , (c) tested in biodiesel fuel with water,  $\sigma_a = 500$  MPa,  $N_f = 1.2 \times 10^5$ , and (d) tested in biodiesel fuel with water,  $\sigma_a = 375$  MPa,  $N_f = 5.1 \times 10^6$ .

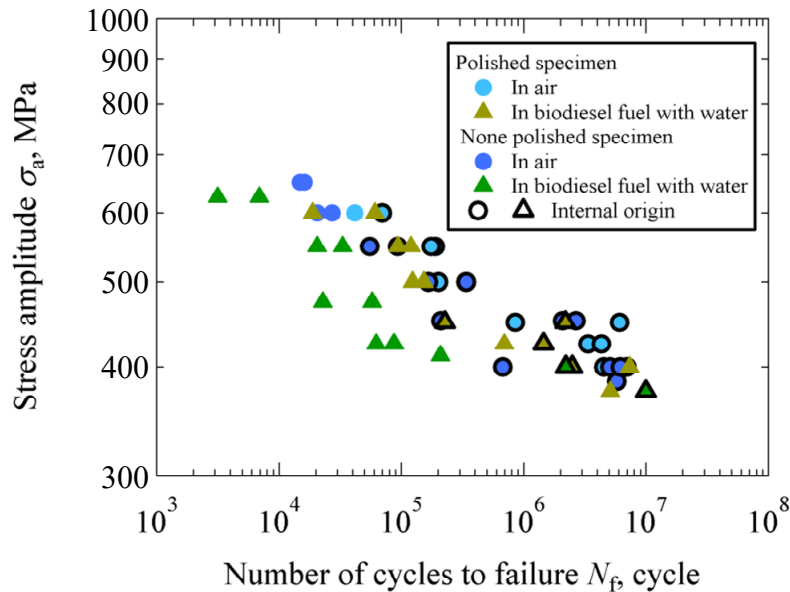


Fig. 4.11 S-N diagram classified into each location of the fracture origin.

た．両材の大気中の疲労強度に差が見られなかったのは，破壊起点が内部にあり P 材の表面研磨の効果が現れなかったためと考えられる．

次に含水バイオ燃料中で試験を行った P 材は，短寿命側から  $N_f = 10^7$  の範囲で表面起点型破壊が見られ， $N_f > 2 \times 10^5$  では内部起点型破壊のものが一部あった．内部起点型破壊をした疲労強度が大気中の疲労強度と同じなのは，起点位置が内部で燃料影響を受けなかったことに加え，表面研磨の効果が現れなかったためと考えられる．一方，表面起点型破壊のものは，含水バイオ燃料の影響を受けることで表面で粒界割れが起き，疲労強度が低下することを第 3 章で述べた．しかし，P 材の表面起点型破壊の疲労強度は大気中と差がなく，また NP 材の含水バイオ燃料中の疲労強度よりも向上したため，試験片表面に研磨を施したことにより両材の出来栄に差が生じた表面残留応力と表面粗さの疲労強度への影響を検討することとした．

まず表面残留応力に関して，Fig. 4.3 より P 材は NP 材よりも引張応力を負荷する面の表層に高い圧縮残留応力が存在している．そのため，式(4-1)で求めた発生応力に，破面観察結果と Fig. 4.3 の残留応力分布から求めた起点部の残留応力を加味し，疲労

試験中に起点部に実際に負荷していた最大応力  $\sigma_{\max}$  を各試験片で求めた．縦軸に  $\sigma_{\max}$  を，横軸に破断繰返し数  $N_f$  をとり，それぞれ対数で示した破壊起点別の  $S-N$  線図を Fig. 4.12 に示す．両材の同一試験環境における破壊起点位置別の疲労強度は概ね一致し，同一の傾向を示した．したがって，P 材と NP 材の含水バイオ燃料中における表面起点型破壊の疲労強度差は，破壊起点の圧縮残留応力による効果の可能性が示唆された．

次に，表面粗さの影響を検討するため，試験片表面を約  $20\ \mu\text{m}$  電解研磨をし，Fig. 4.3 に示した P 材の表層の高い圧縮残留応力を除去した試験片を準備した．電解研磨後の試験片表面の残留応力は  $-161\ \text{MPa}$  で NP 材の  $-173\ \text{MPa}$  と同等であり，また表面の最大高さ粗さ  $R_z$  は  $0.33\ \mu\text{m}$  で，NP 材の  $2.29\ \mu\text{m}$  より改善していることを確認した（残留応力と表面粗さの測定箇所と本数は，先述した P 材および NP 材と同一である）．したがって，含水バイオ燃料中における電解研磨試験片と NP 材の疲労強度を比較することで，燃料中の疲労強度への表面粗さの影響を把握することができる．電解研磨試験片の含水バイオ燃料中の疲労試験結果を Fig. 4.13 に示す．破壊起点位置別で比較すると，電解研磨試験片の疲労強度は NP 材とほぼ一致した．したがって今回使用した試験片において，最大高さ粗さ  $R_z$  が  $0.33\ \mu\text{m} \sim 2.29\ \mu\text{m}$  の範囲では含水バイオ燃料中の疲労強度に影響を及ぼさないことが分かった．

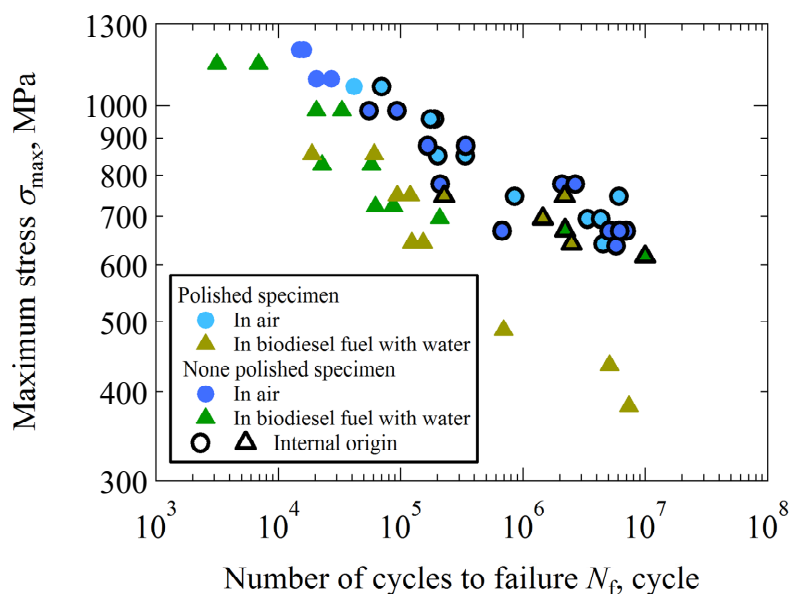


Fig. 4.12  $S-N$  diagram classified into each location of the fracture origin using the maximum stress at the fracture origin.



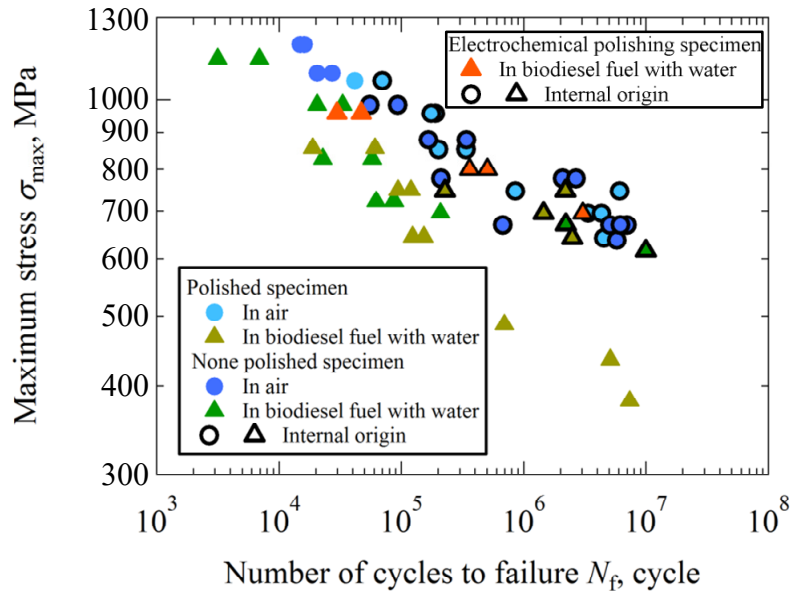


Fig. 4.13  $S$ - $N$  diagram of electrochemical polishing specimen classified into each location of the fracture origin using the maximum stress at the fracture origin.

以上のことから、含水バイオ燃料中における P 材の疲労強度の向上は、表面の圧縮残留応力による効果であると考えられる。また、残留応力を平均応力と等価と考え求めた  $\sigma_{\max}$  で  $S$ - $N$  線図を整理すると、残留応力の有無に関係なく同一試験環境の疲労強度が一致した。このことから、燃料中においても残留応力は平均応力と等価と考えてよいといえる。そして、残留応力の影響で P 材の含水バイオ燃料中の疲労強度は、見かけ上、大気中に比べ低下しなかったが、残留応力の影響を差し引くと Fig. 4.12 より表面で粒界割れが生じ実際は疲労強度が低下していたことが分かった。

一方、長寿命側では P 材の含水バイオ燃料中の破壊パターンは、表面起点型と内部起点型の 2 パターン存在した。破壊パターンが 2 パターン見られたのは含水バイオ燃料の試験片表面への影響度合いの違いによって生じたと考えられる。しかし、これに関しては、含水バイオ燃料中の疲労強度低下メカニズムを明らかにし、別途検討する必要がある。

#### 4.3.4 粒界割れ面積を用いた $\Delta K_I$ による強度検討

含水バイオ燃料中で試験を行ったP材の起点部に見られた粒界割れと、疲労強度低下との関係を調べるため、表面起点型破壊の粒界割れの面積を  $area_g$  とし、Fig. 4.14 に  $\sqrt{area_g}$  と破断繰返し数  $N_f$  の関係を示す。なお、内部起点型破壊のものについては、介在物とファセットが見られた領域を  $area_f$  とし、 $\sqrt{area_f}$  と  $N_f$  の関係を併せて示す。その結果、第3章で述べたNP材と同様に、P材についても大気中よりも疲労強度が低下した含水バイオ燃料中の表面起点型破壊の  $\sqrt{area_g}$  は、破断繰返し数が長くなるほど、すなわち燃料浸漬時間が長くなるほど大きい傾向が見られた。また、内部起点型破壊においてもNP材と同様に、P材の両試験環境の  $\sqrt{area_f}$  は破断繰返し数が増えてもほぼ同一の値を取り、有意差がないことを確認した。

過去の研究から破壊起点の介在物もしくは欠陥起点の大きさ（面積）を  $area$  とし、き裂前縁の応力拡大係数範囲  $\Delta K_I$  を村上ら[7]による次式で求めると、 $\Delta K_I$  は一定の値になることが知られている[8]。

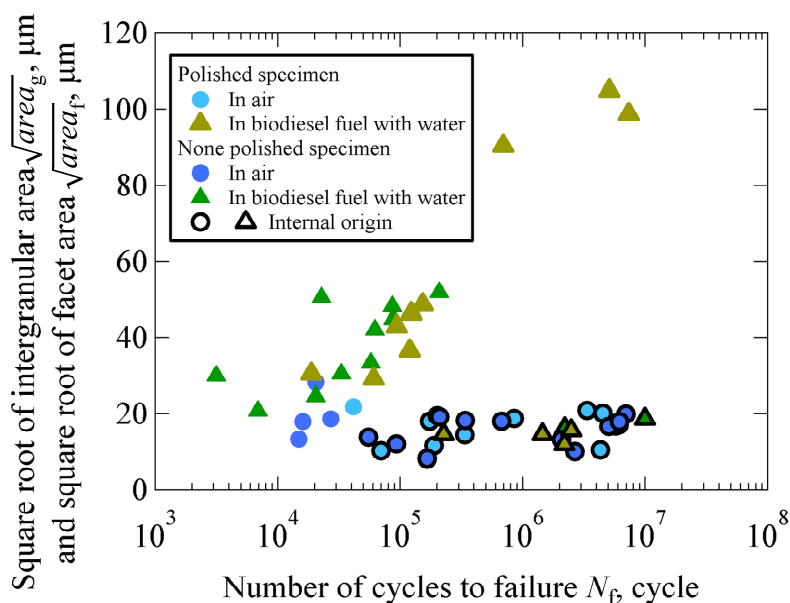


Fig. 4.14 Distribution map of  $\sqrt{area_g}$  and  $\sqrt{area_f}$  at the fracture origin.

$$\Delta K_I = \begin{cases} 0.65\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{area}} & (\text{表面起点}) \\ 0.50\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{area}} & (\text{内部起点}) \end{cases} \quad (4-2)$$

ここで $\Delta\sigma$ : 応力範囲 ( $= \sigma_{\max} - \sigma_{\min}$ ) である. Fig. 4.12 により $\sigma_{\max}$ を用いると両材の同一試験環境における破壊起点位置別の疲労強度は概ね一致したため, 式(4-2)の $\Delta\sigma$ は $\sigma_{\max}$ とし, また $\sqrt{area}$ に表面起点の場合は $\sqrt{area_g}$ を, 内部起点の場合は $\sqrt{area_f}$ を代入して, 起点位置別の最大応力拡大係数 $K_{\max}$ を求めた. その結果を Fig. 4.15 に示す. 大気中, 含水バイオ燃料中とも表面起点型破壊では $K_{\max} = 4.5 \sim 7.2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , 内部起点型破壊では $K_{\max} = 1.9 \sim 4.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ となり起点位置の違いで分けると, 試験環境に関係なく $K_{\max}$ は概ね一定となった. また, P材とNP材の $K_{\max}$ も一致した.  $\sqrt{area_g}$ を用いると疲労破壊が始まる $K_{\max}$ が一定になったことから, 含水バイオ燃料中の強度低下原因の一つは, 内部起点の破壊が起こる前に表面起点部の粒界割れ面積が増加することと考えられ, これは試験片表面の研磨有無に関係なく共通していえる.

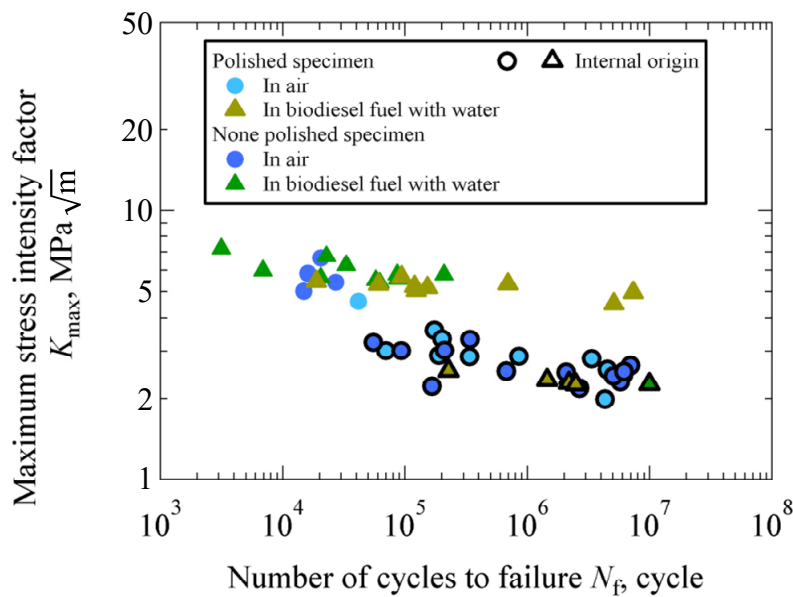


Fig. 4.15 Relationship between the maximum stress intensity factor and number of cycles to failure.

## 4.4 ま と め

本章では浸炭焼入れ鋼 SCM415 の試験片表面に施した研磨による含水バイオ燃料中の疲労強度向上効果を、第3章で確立した燃料中の疲労強度評価手法を用いて検討した。

粗悪燃料を想定した含水バイオ燃料中および大気中で、試験片表面に研磨を施した P 材を用いて4点曲げ疲労試験を実施し、第3章で述べた研磨を施していない NP 材の疲労強度と比較した。その結果、P 材の含水バイオ燃料中における疲労強度は大気中の疲労強度から低下はなく、また NP 材の含水バイオ燃料中の疲労強度よりも向上した。破面観察の結果、含水バイオ燃料中の P 材の破壊起点は表面の粒界割れで、疲労強度が低下した含水バイオ燃料中の NP 材の破壊形態と同じであった。

そこで、P 材の含水バイオ燃料中における疲労強度向上の原因を、試験片表面に研磨を施したことにより両材の出来栄に差が生じた表面残留応力と表面粗さから検討した。その結果、P 材の疲労強度が向上したのは、表面の圧縮残留応力による効果であることが分かった。また、残留応力を平均応力と等価と考え算出した最大応力  $\sigma_{\max}$  を用いると、残留応力の有無に関係なく同一試験環境の疲労強度が一致したことから、燃料中においても残留応力を平均応力と等価と考えてよいといえる。

一方、残留応力の影響を差し引くと、P 材も NP 材同様に含水バイオ燃料中では表面で粒界割れが生じて疲労強度が低下していた。起点部に見られた粒界割れと疲労強度低下との関係を調べるため、表面起点型破壊の粒界割れの面積を  $area_g$  とし、 $\sqrt{area_g}$  と破断繰返し数  $N_f$  の関係を調べた。その結果、P 材の含水バイオ燃料中の  $\sqrt{area_g}$  は、NP 材と同様に破断繰返し数が増えるほど大きい傾向を示した。 $\sqrt{area_g}$  を用いて求めた  $K_{\max}$  は、試験環境に関係なく概ね一定の値となり、また P 材と NP 材の  $K_{\max}$  も一致した。したがって、含水バイオ燃料中における強度低下原因の一つは、表面起点部の粒界割れ面積が増加することと考えられ、これは試験片表面の研磨有無に関係なく共通していえる。

## 参考文献

- [1] R. Ebara, S. Shigemura and T. Yamane, “Influence of Plasma-Sprayed Coating on Corrosion Fatigue Strength of 13Cr Stainless Steel”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 43, No. 490, pp. 881-887 (1994).
- [2] M. Kubota, T. Suzuki, D. Hirakami and K. Ushioda, “Influence of Hydrogen on Fatigue Property of Suspension Spring Steel with Artificial Corrosion Pit after Multi-Step Shot Peening”, Tetsu-to-Hagané, Vol. 100, No. 8, pp. 974-983 (2014).
- [3] K. Endo, K. Komai and S. Takabayashi, “The Effect of Mean Stress on the Progress of Corrosion Fatigue Damage”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 21, No. 220, pp. 29-34 (1972).
- [4] K. Miura, M. Kumada and T. Ohi, “Effect of Surface Condition on Fatigue Strength of Cr-Mo Cast Steel in Fresh Water and Corrosion Fatigue Prevention Using Inhibitor”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 33, No. 375, pp. 1506-1512 (1984).
- [5] M. Wakabayashi, M. Nakayama and K. Tamamura, “Study on Residual Stresses in Ground Layers”, Journal of the Japan Society of Precision Engineering, Vol. 50, No. 9, pp. 1481-1487 (1984).
- [6] The Japan Society of Mechanical Engineers Standard, Standard Method of Statistical Fatigue Testing, JSME S 002-1994 (1994).
- [7] Y. Murakami, “Metal Fatigue: Effect of Small Defects and Nonmetallic Inclusions”, Yokendo Ltd (1993), p.265.
- [8] T. Sakai, M. Takeda, N. Tanaka, M. Kanemitsu, N. Oguma and K. Shiozawa, “*S-N* Property and Fractography of High Carbon Chromium Bearing Steel over Ultra Wide Life Region under Rotating Bending”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 67, No. 663, pp. 1805-1812 (2001).



## 第 5 章

# 含水バイオ燃料中の 4 点曲げ疲労特性 に及ぼす添加元素 Bi の影響

### 5.1 はじめに

第 3 章では, 浸炭焼入れ鋼 SCM415 に対し, 粗悪燃料を想定した含水バイオ燃料中, JIS2 中, および大気中で 4 点曲げ疲労試験を行い, 各環境下における起点部の破壊形態の特徴を明らかにした. その結果, 試験環境にかかわらず破壊起点位置は表面 (粒界割れ) と内部 (ファセット) の 2 パターン存在し, 含水バイオ燃料中では表面が起点となる場合, 燃料影響により起点部の粒界割れ面積が増加することで疲労強度が低下することを述べた. 一方, いずれの破壊パターンにおいても起点部には, 被削性向上のため SCM415 に添加している Bi (ビスマス) が確認できた. すべての試験条件で破壊起点に Bi が確認できたことから, Bi の影響により SCM415 の疲労強度が相対的に低下している可能性が示唆される. さらに, 含水バイオ燃料中の疲労強度低下原因である粒界割れに, 含水バイオ燃料の影響だけではなく Bi も何かしら影響を及ぼしている可能性が考えられる.

そこで本章では, SCM415 の添加元素 Bi が含水バイオ燃料中の疲労強度に及ぼす影響を検討するため, Bi を添加していない試験片を準備し, 第 3 章で確立した燃料中の疲労強度評価手法を用いて, 含水バイオ燃料中で 4 点曲げ疲労試験を行う. そして, 第 3 章で述べた Bi を添加した試験片の疲労強度と比較し, 両材の含水バイオ燃料中の疲労強度差に及ぼす Bi の影響を破壊形態の違いから検討する. また, Bi を添加し

ていない試験片の大気中と含水バイオ燃料中の疲労強度差の原因についても起点部の破壊形態の違いから検討する。

## 5.2 実験方法

### 5.2.1 供試材

供試材は Bi を添加していないクロムモリブデン鋼 SCM415（以下，W/O Bi 材：Specimen without Bi と称す）で化学成分を Table 5.1 に示す。φ45 の丸棒から Fig. 3.1 に示す寸法の試験片を作製し，第3章で述べた真空浸炭の熱処理を施した。コモンレールシステムの部品の加工条件と合わせるため，熱処理後は引張応力を負荷する面に機械加工は施さず，熱処理肌のまま試験に供した。なお，第3章で用いた Bi を添加した試験片を W Bi 材（Specimen with Bi）と称す。

熱処理後の試験片断面を JIS G 0533 による方法でエッチングをし，平面部の表面近傍を金属顕微鏡で観察した結果を Fig. 5.1 に示す。W/O Bi 材は W Bi 材と同様にマルテンサイト組織を呈していた。熱処理後において試験片中心付近の長手方向の断面上で，表面から厚み方向の内部にビッカース硬度  $HV$  を荷重 3 N，保持時間 10 sec の条件で測定した結果を Fig. 5.2 に示す。W/O Bi 材の表面硬度  $HV$  は 702 で，表面から内部になるにつれ硬度は低下し，JIS による有効硬化層深さは 0.54 mm であった。したがって，表面硬度は W Bi 材（ $HV$  708）と差は見られなかったが，有効効果層深さは W Bi 材（0.61 mm）に比べ浅く，試験片内部の硬度がやや低かった。また，試験片中心と，中心より幅方向に 2 mm 離れた計 3 箇所測定した長手方向の残留応力  $\sigma_r$  の平均値を Fig. 5.3 に示す。なお，横軸は試験片表面から厚み方向の深さで，残留応力  $\sigma_r$  は Cr-K $\alpha$  線で(211)回折線を用いて  $\sin^2\psi$  法により求めた。その結果，W/O Bi 材の表面

Table 5.1 Chemical compositions of SCM415 without Bi (mass %).

| C    | Si   | Mn   | P     | S     | Cu   | Ni   | Cr   | Mo   | Fe  |
|------|------|------|-------|-------|------|------|------|------|-----|
| 0.17 | 0.19 | 0.70 | 0.009 | 0.007 | 0.02 | 0.02 | 1.14 | 0.16 | bal |



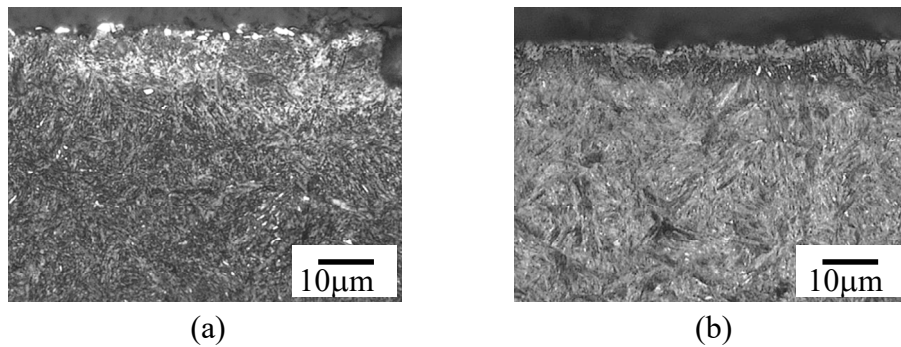


Fig. 5.1 Microstructure of the cross section; (a) at the planar part of specimen without Bi, and (b) at the planar part of specimen with Bi.

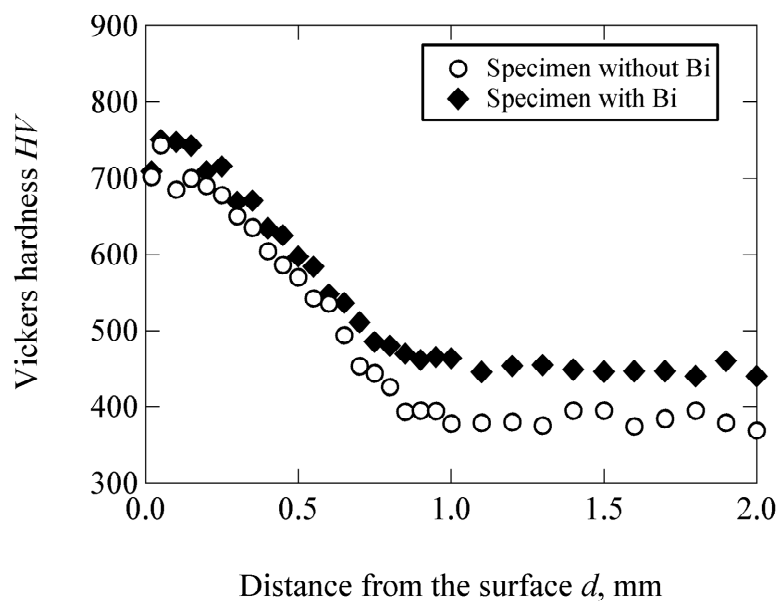


Fig. 5.2 Vickers hardness distribution measured along the thickness direction.

残留応力は-205 MPa で，W Bi 材の-173 MPa に対し両材の残留応力に差は見られなかった．また，引張応力を負荷する面の最大高さ粗さ  $R_z$  を  $n=2$  の試験片で測定した結果，W/O Bi 材の平均値は  $2.75 \mu\text{m}$  で，W Bi 材の  $2.29 \mu\text{m}$  に対し最大高さ粗さも差は見られなかった．以上より，ビッカース硬度の分布に若干の差は見られたが，金属組織，残留応力，表面粗さの出来栄に関しては，W/O Bi 材と W Bi 材に大きな差は見られなかった．

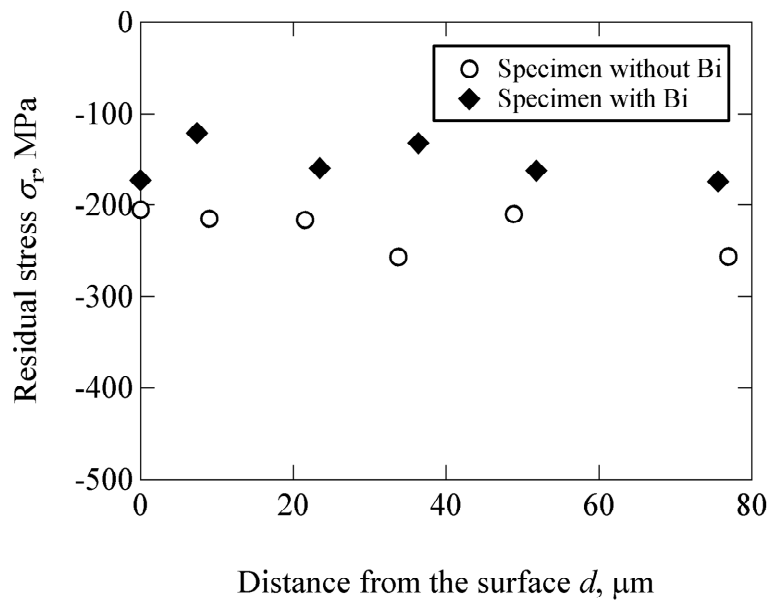


Fig. 5.3 Longitudinal residual stress distribution measured along the thickness direction.

## 5.2.2 疲労試験

燃料中の疲労試験は、第3章で試験方法の妥当性を確認した燃料循環システムを備えた島津製作所製の電気油圧サーボ式疲労試験機（型名：Lab-5）を使用して行った。本章で使用した燃料は含水バイオ燃料で、試験条件は第3章で述べた方法と同一である。Table 5.2 に試験条件をまとめて示す。また、試験片表面に負荷する曲げの引張応力 $\sigma$ の算出も第3章と同様で次式を用いて計算した。

$$\sigma = \frac{3F(L-l)}{2bd^2} \quad (5-1)$$

ここで、 $F$ ：荷重 (N)、 $L$ ：下部スパン (= 30 mm)、 $l$ ：上部スパン (= 10 mm)、 $b$ ：試験片幅 (= 10 mm)、 $d$ ：試験片厚さ (= 6 mm) である。

Table 5.2 Fatigue test condition.

|  |   |
|--|---|
| Test method                            | 14S-N   |
| Loading condition                      | 4-point bending   |
| Stress ratio $R$                       | 0.05  |
| Test frequency $f$                     | 20 Hz   |
| Fuel                                   | Biodiesel fuel with water                                   |
| Temperature at the testing chamber $T$ | $80 \pm 3$ °C   |
| Fuel change interval                   | 7 days  |
| Fatigue limit $\sigma_w$               | Fatigue strength at $N_f = 10^7$<br>by Staircase method [6] |

## 5.3 実験結果および考察

### 5.3.1 疲労試験結果

含水バイオ燃料中および80 °Cの大気中で行った W/O Bi 材の疲労試験の結果を Fig. 5.4 に示す. 縦軸に応力振幅  $\sigma_a$ , 横軸に破断繰返し数  $N_f$  をそれぞれ対数で示している. また, 傾斜部の破線は最小二乗法で求めた各条件における平均線である. なお, Bi 添加有無の違いによる疲労強度を比較するため, 第3章で述べた W Bi 材の含水バイオ燃料中と 80 °C 大気中の試験結果も併せて示す. 先ず, 同一試験環境同士で W/O Bi 材と W Bi 材の疲労試験結果を比較すると, 大気中および含水バイオ中ともに, 短寿命側から  $N_f = 10^7$  までの長寿命側において W/O Bi 材の疲労強度は W Bi 材に比べ大幅に疲労強度が向上した.

次に, W/O Bi 材の含水バイオ燃料中と大気中の疲労強度を比較すると, 短寿命側から  $N_f = 10^7$  までの長寿命側において含水バイオ燃料中の疲労強度は大気中に比べ低下した.

Fig. 5.5 にステアケース法で求めた  $N_f = 10^7$  の疲労限度  $\sigma_w$  の結果を示す. W/O Bi 材の疲労限度は含水バイオ燃料中で  $\sigma_w = 560$  MPa (標準偏差  $s = 23$  MPa), 大気中で  $\sigma_w =$

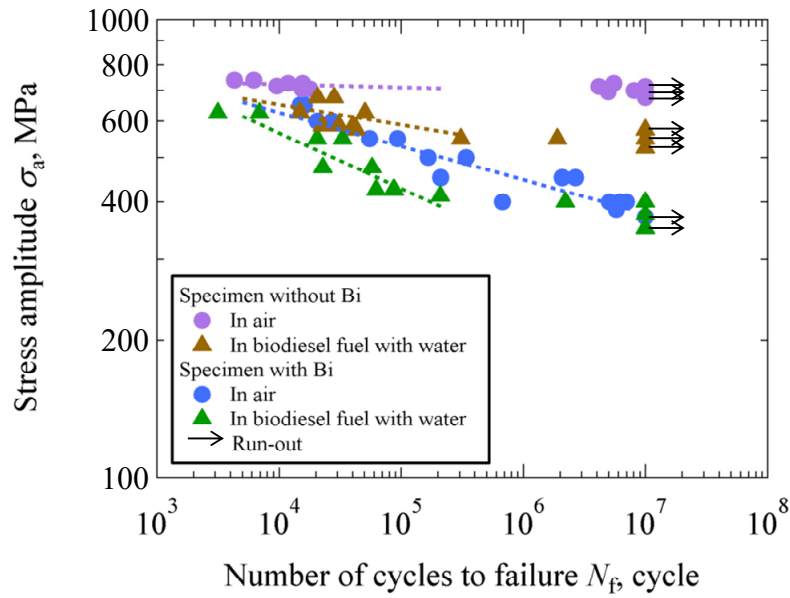


Fig. 5.4  $S$ - $N$  diagram of specimen with and without Bi made of SCM415 tested in air and in biodiesel fuel with water.

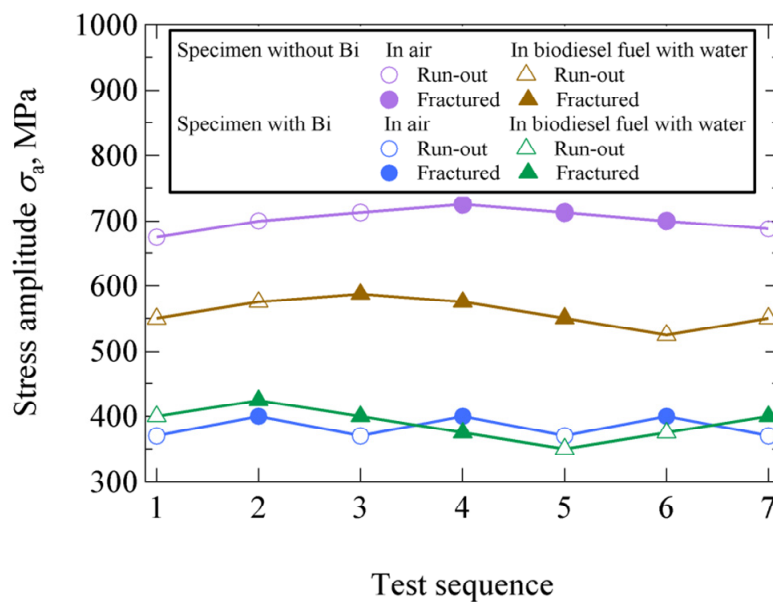


Fig. 5.5 Result of fatigue limit at  $N_f = 10^7$  by staircase method.

706 MPa ( $s = 13$  MPa) となり含水バイオ燃料中で約 146 MPa も疲労限度が低下した。一方, W Bi 材の疲労限度に対し, W/O Bi 材の疲労限度は両環境とも大幅に向上した。

### 5.3.2 破面, 表面観察結果

燃料中の疲労強度変化の原因を調査するため, 試験片の破壊起点を SEM で観察した。W/O Bi 材の大気中で試験を行った代表的な破面を Fig. 5.6 に, 含水バイオ燃料中で試験を行った代表的な破面を Fig. 5.7 にそれぞれ示す。なお, W Bi 材の破面観察結果は第 3 章で述べたため割愛する。大気中で試験を行った試験片の起点位置は, 表

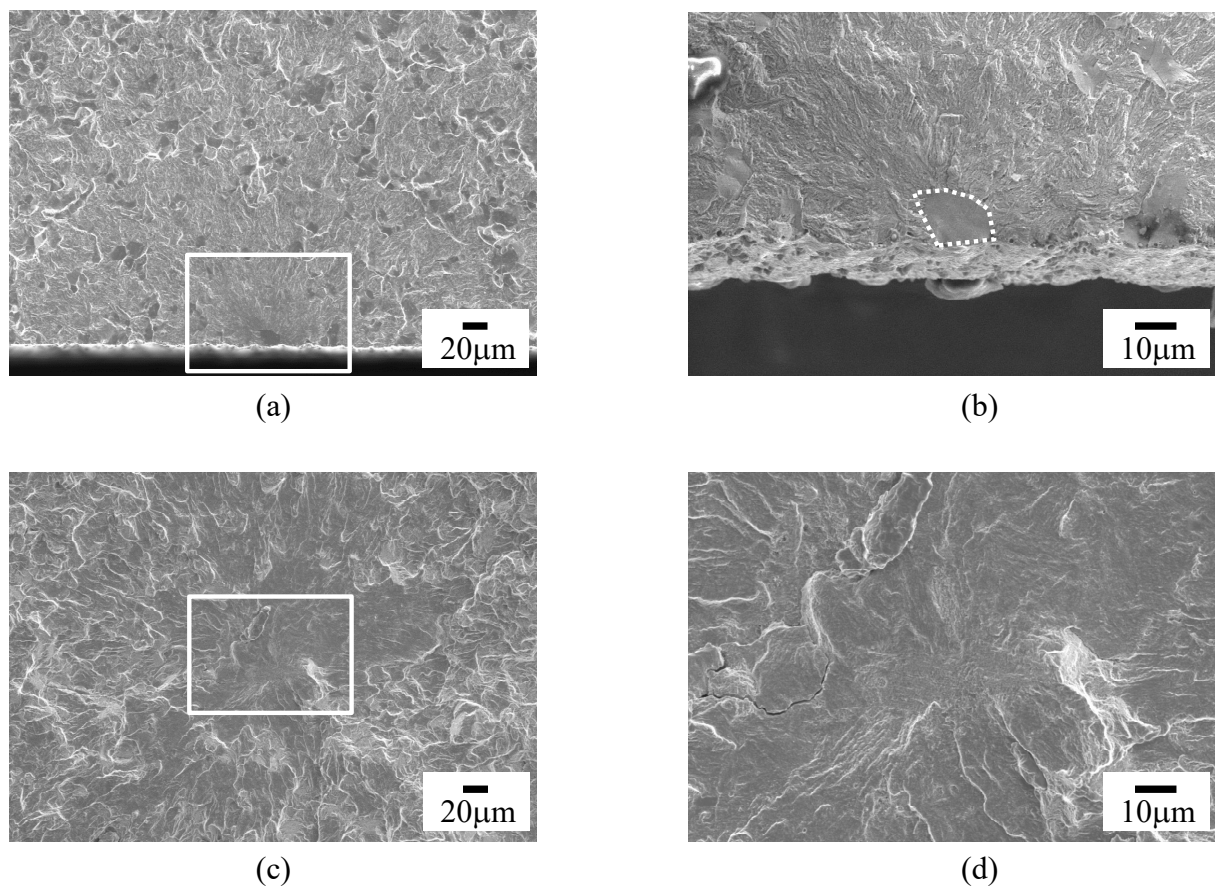


Fig. 5.6 SEM images of fracture surface of specimen without Bi tested in air; (a) surface origin in the case of  $\sigma_a = 715$  MPa,  $N_f = 1.5 \times 10^4$ , (b) intergranular fracture observed at the rectangular area indicated in (a), (c) internal origin in the case of  $\sigma_a = 713$  MPa,  $N_f = 4.1 \times 10^6$ , (d) matrix crack observed at the rectangular area indicated in (c), (e) internal origin in the case of  $\sigma_a = 725$  MPa,  $N_f = 5.5 \times 10^6$ , and (f) inclusion observed at the rectangular area indicated in (e).

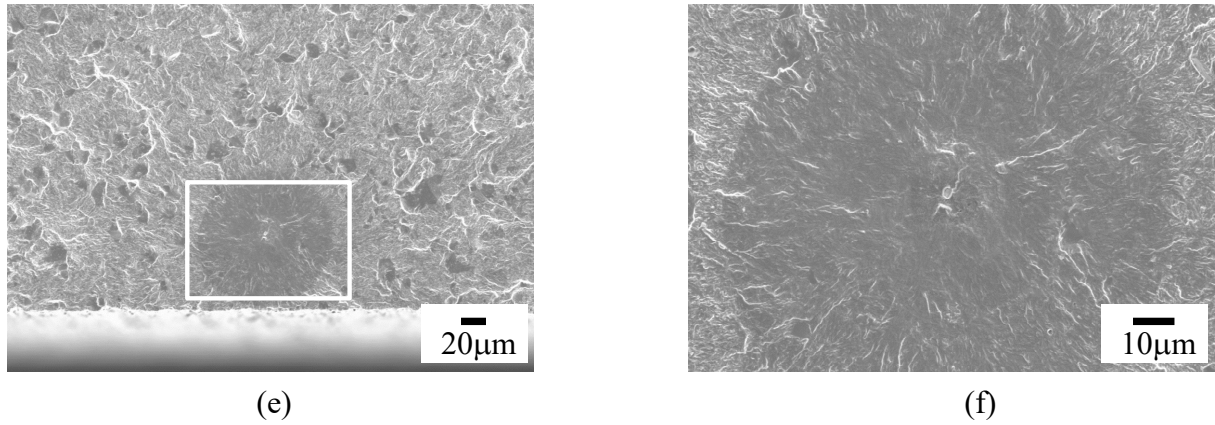


Fig. 5.6 (Continued).

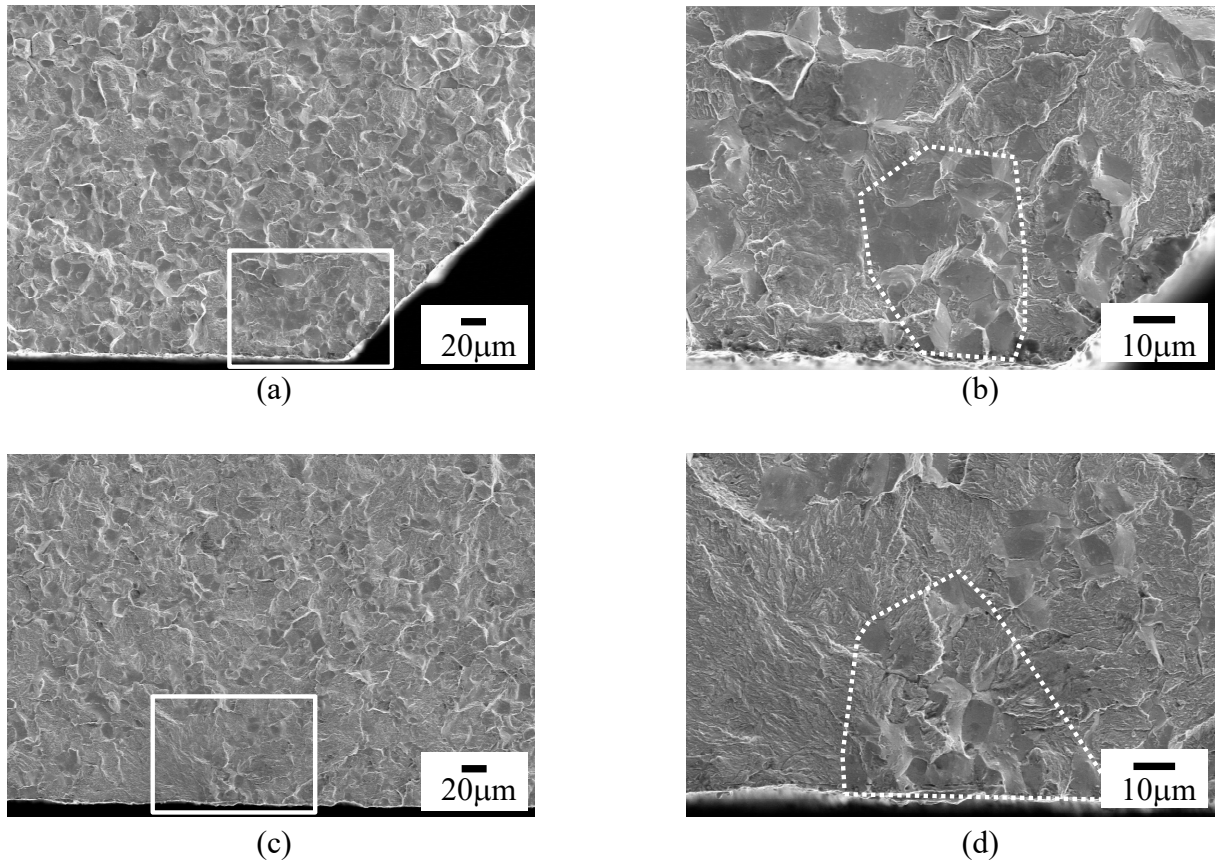


Fig. 5.7 SEM images of fracture surface of specimen without Bi tested in biodiesel fuel with water; (a) surface origin in the case of  $\sigma_a = 587$  MPa,  $N_f = 2.2 \times 10^4$ , (b) intergranular fracture observed at the rectangular area indicated in (a), (c) surface origin in the case of  $\sigma_a = 550$  MPa,  $N_f = 1.9 \times 10^6$ , and (d) intergranular fracture observed at the rectangular area indicated in (c).

面と、内部の2パターン確認できたが、含水バイオ燃料中で試験を行った試験片の起点位置はすべて試験片表面であった。起点が表面のパターンについては、起点部に粒界割れ（SEM写真上で点線で囲った領域）が見られた。一方で、起点が内部のパターンについては、組織割れをしている破面(Fig. 5.6 (d))と介在物が見られた破面(Fig. 5.6 (f))が存在した。また、起点部周りには粒内破壊とファセットの混在領域が見られた。そして、介在物が見られた破面の中に、フィッシュアイが観察できたものが一部あった(Fig. 5.6 (f))。起点部に見られた介在物をEDSで元素分析を行った結果をFig. 5.8に示す。介在物からは脱酸工程で混入したと思われるAlを検出した。

W/O Bi材の破面を30°傾け、起点部近傍の表面をSEMで観察した結果をFig. 5.9に示す。起点部とその周りには明確な腐食痕は確認できず、試験環境の違いで有意差はなかった。

### 5.3.3 破壊起点別の $S-N$ 線図

起点部の破面観察結果より、破壊起点位置の違いで  $S-N$  線図を層別し直した結果をFig. 5.10に示す。大気中で試験を行ったW/O Bi材は、 $N_f < 2 \times 10^4$ の短寿命側で表面起点型破壊のものがあつたが、 $4.1 \times 10^6 < N_f < 10^7$ の範囲では内部起点型破壊であつた。したがって、W Bi材に対し、大気中で見られたW/O Bi材の疲労強度の向上は、短寿命側の表面起点型破壊および長寿命側の内部起点型破壊のいずれのパターンにおいても確認できた。

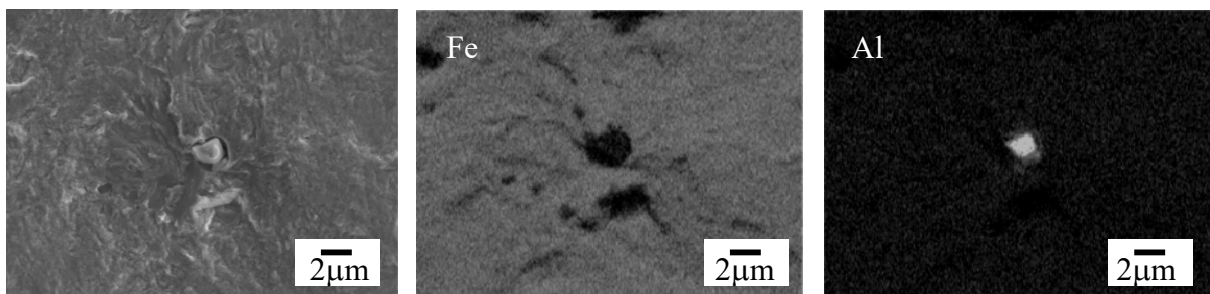


Fig. 5.8 EDS elemental mapping images of Fe and Al of specimen without Bi, tested in air,  $\sigma_a = 725$  MPa,  $N_f = 5.5 \times 10^6$ .

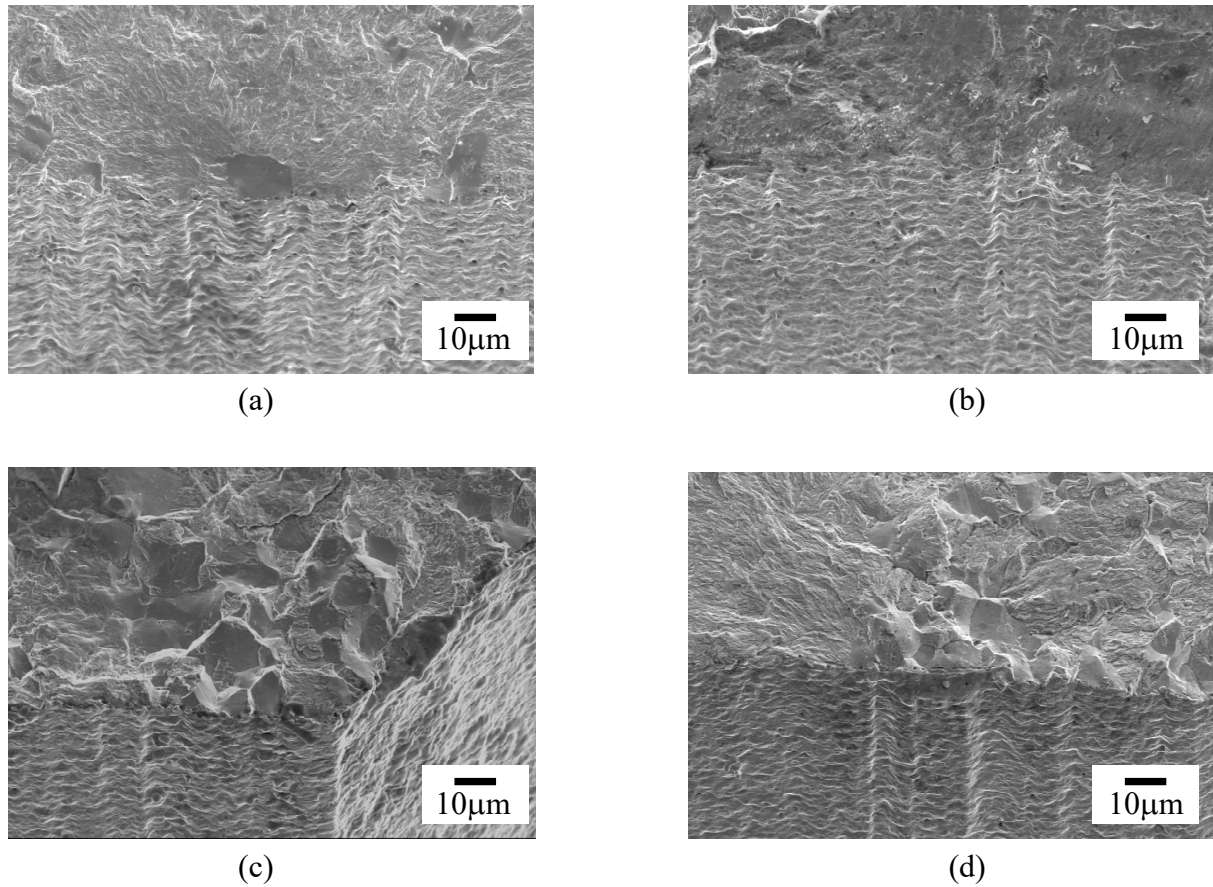


Fig. 5.9 SEM images of tensile side surface near the fracture origin of specimen with Bi when the fracture surface is tilted by 30°; (a) tested in air,  $\sigma_a = 715$  MPa,  $N_f = 1.5 \times 10^4$ , (b) tested in air,  $\sigma_a = 713$  MPa,  $N_f = 4.1 \times 10^6$ , (c) tested in biodiesel fuel with water,  $\sigma_a = 587$  MPa,  $N_f = 2.2 \times 10^4$ , and (d) tested in biodiesel fuel with water,  $\sigma_a = 550$  MPa,  $N_f = 1.9 \times 10^6$ .

大気中で表面起点型破壊から内部起点型破壊に移行する応力振幅 $\sigma_a$ は W Bi 材では約 550 MPa であるのに対し，W/O Bi 材は約 700 MPa と高い．表面起点型破壊については，5.3.2 項と第 3 章で述べたように起点は粒界割れであるため，Bi を添加しないことで粒界強度が向上し粒界割れが起き難くなったと考えられる．また，内部起点型破壊については，第 3 章で述べたように W Bi 材の起点は Bi を伴ったファセットであるが，W/O Bi 材の起点にはファセットは見られず組織割れ，もしくは Al の介在物である．そのため，Bi を添加しないことで Bi が原因と思われるファセットが起きなくなり，疲労強度が向上した可能性が考えられる．



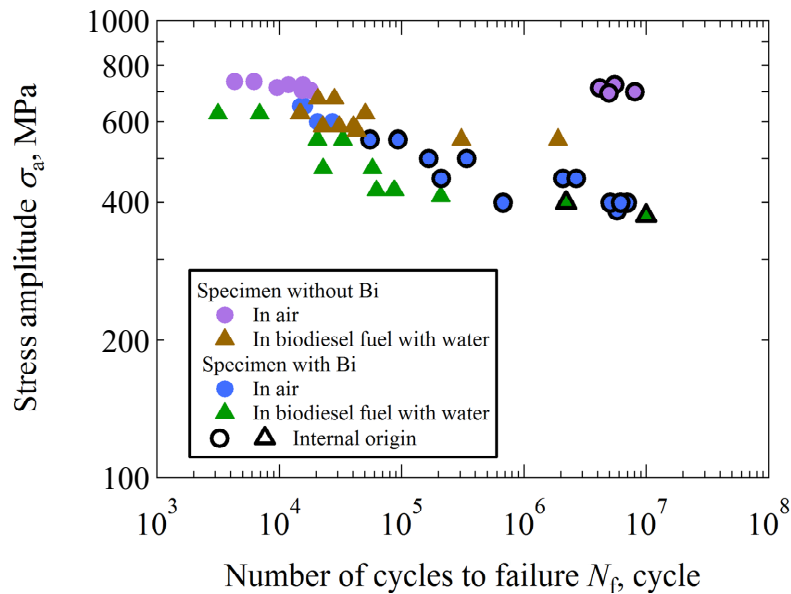


Fig. 5.10 S-N diagram classified into each location of the fracture origin.

上述の大気中の疲労強度に及ぼす Bi の影響を踏まえ、次に含水バイオ燃料中の疲労強度に及ぼす Bi の影響を検討する。まず、W Bi 材は、Bi の添加により元々粒界強度が弱く、かつファセットが起きやすい試験片であったといえる。そのため、含水バイオ燃料中における W Bi 材の長寿命側の破壊起点が、大気中と同じ内部の Bi を伴ったファセットのパターンで、かつ疲労限度  $\sigma_w$  が大気中の疲労限度から低下しなかったのは、含水バイオ燃料の影響よりもファセットを引き起こす Bi の影響が勝り、燃料影響を受けない試験片内部が起点になったためと考えられる。このことから、 $N_f = 10^7$  付近における W/O Bi 材の大気中の疲労強度と、W Bi 材の大気中および含水バイオ燃料中の疲労強度の差は、Bi の影響と思われる。

一方、W Bi 材とは異なり W/O Bi 材の含水バイオ燃料中における破壊起点が全て表面の粒界割れとなり長寿命側でも疲労強度が低下したのは、Bi を添加しないことで表面起点の粒界割れと内部起点のファセットは起き難くなるが、含水バイオ燃料の試験片表面への影響で、表面では逆に粒界割れが起きやすくなったためと考えられる。

### 5.3.4 粒界割れ面積を用いた $\Delta K_I$ による強度検討

含水バイオ燃料中で試験を行った W/O Bi 材の起点部に見られた粒界割れと，疲労強度低下との関係を調べるため，表面起点型破壊の粒界割れの面積を  $area_g$  とし，Fig. 5.11 に  $\sqrt{area_g}$  と破断繰返し数  $N_f$  の関係を示す．なお，内部起点型破壊のものについては，介在物とファセットが見られた場合はその領域を  $area_f$ ，介在物のみが見られた場合はその領域を  $area_i$  とし， $\sqrt{area_f}$  と  $N_f$ ， $\sqrt{area_i}$  と  $N_f$  の関係を併せて示す（組織割れをしていたものはデータから省いた）．その結果，第3章で述べた W Bi 材と同様に，W/O Bi 材についても大気中よりも疲労強度が低下した含水バイオ燃料中の表面起点型破壊の  $\sqrt{area_g}$  は，破断繰返し数が長くなるほど，すなわち燃料浸漬時間が長くなるほど大きい傾向が見られた．

過去の研究から破壊起点の介在物もしくは欠陥起点の大きさ（面積）を  $area$  とし，き裂前縁の応力拡大係数範囲  $\Delta K_I$  を村上ら[2]による次式で求めると， $\Delta K_I$  は一定の値になることが知られている[3]．

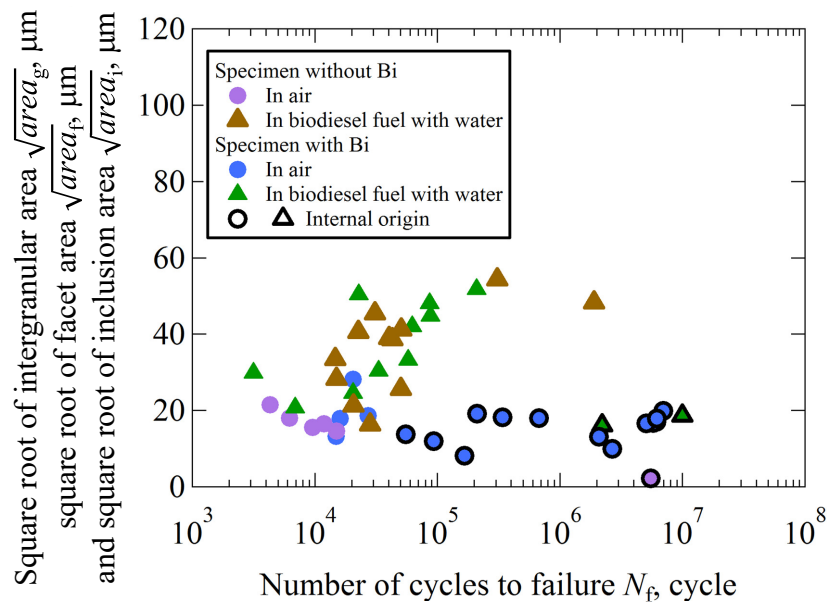


Fig. 5.11 Distribution map of  $\sqrt{area_g}$ ,  $\sqrt{area_f}$ , and  $\sqrt{area_i}$  at the fracture origin.

$$\Delta K_I = \begin{cases} 0.65\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{area}} & (\text{表面起点}) \\ 0.50\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{area}} & (\text{内部起点}) \end{cases} \quad (5-2)$$

ここで $\Delta\sigma$ : 応力範囲 ( $= \sigma_{\max} - \sigma_{\min}$ ) である. 式(5-2)の $\sqrt{area}$ に表面起点の場合は $\sqrt{area_g}$ を, 内部起点の場合は $\sqrt{area_f}$ ,  $\sqrt{area_i}$ を代入し応力拡大係数範囲 $\Delta K_I$ を求めた結果を Fig. 5.12 に示す. 大気中, 含水バイオ燃料中とも表面起点型破壊では $\Delta K_I = 5.5 \sim 9.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , 内部起点型破壊では $\Delta K_I = 1.9 \sim 3.7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  となり起点位置の違いで分けると各環境下の $\Delta K_I$ は概ね一定となった. また, W/O Bi 材と W Bi 材の $\Delta K_I$ も一致した.  $\sqrt{area_g}$ を用いると疲労破壊が始まる $\Delta K_I$ が一定になったことから, 含水バイオ燃料中の強度低下原因の一つは, 内部起点の破壊が起こる前に表面起点の粒界割れ面積が増加することと考えられ, これは Bi の添加有無に関係なく共通していえる.

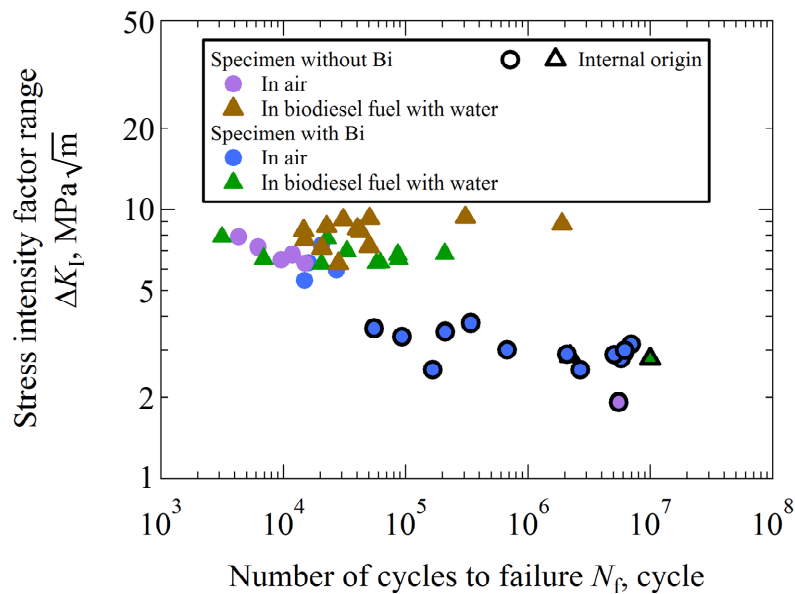


Fig. 5.12 Relationship between stress intensity factor range and number of cycles to failure.

## 5.4 ま と め

本章では浸炭焼入れ鋼 SCM415 の添加元素 Bi が含水バイオ燃料中の疲労強度に及ぼす影響を、第3章で確立した燃料中の疲労強度評価手法を用いて検討した。

粗悪燃料を想定した含水バイオ燃料中および大気中で、Bi を添加していない W/O Bi 材を用いて、4点曲げ疲労試験を実施し、第3章で述べた Bi を添加した W Bi 材の疲労強度と比較した。その結果、両試験環境とも短寿命側から  $N_f = 10^7$  までの長寿命側で、W/O Bi 材の疲労強度は W Bi 材に比べ大幅に疲労強度が向上した。

破面観察の結果、破壊起点は表面起点型と内部起点型があり、疲労強度の向上は両破壊パターンで確認できた。W Bi 材の表面起点型破壊の起点は粒界割れで、内部起点型破壊の起点は Bi を伴ったファセットであることから、Bi を添加しないことで粒界割れやファセットの破壊が起き難くなった可能性が考えられる。

しかし、含水バイオ燃料中では W/O Bi 材の疲労強度は大気中に比べ低下し、その破壊起点は表面の粒界割れであった。Bi を添加しないことで粒界割れは起き難くなるが、含水バイオ燃料の試験片表面への影響により、粒界割れが起きたと考えられる。起点部に見られた粒界割れと疲労強度低下との関係を調べるため、表面起点型破壊の粒界割れの面積を  $area_g$  とし、 $\sqrt{area_g}$  と破断繰返し数  $N_f$  の関係を調べた。その結果、W/O Bi 材の含水バイオ燃料中の  $\sqrt{area_g}$  は、W Bi 材と同様に破断繰返し数が増えるほど大きい傾向を示した。 $\sqrt{area_g}$  を用いて求めた  $\Delta K_I$  は、試験環境に関係なく概ね一定の値となり、また W/O Bi 材と W Bi 材の  $\Delta K_I$  も一致した。したがって、含水バイオ燃料中における強度低下原因の一つは、表面起点の粒界割れ面積が増加することと考えられ、これは Bi の添加有無に関係なく共通していえる。

一方、W Bi 材の含水バイオ燃料中の内部起点型破壊の疲労強度が大気中と差がなかったのは、含水バイオ燃料の影響よりもファセットを引き起こす Bi の影響が勝り、燃料影響を受けない試験片内部が起点になったためと考えられる。

## 参考文献

- [1] The Japan Society of Mechanical Engineers Standard, Standard Method of Statistical Fatigue Testing, JSME S 002-1994 (1994).
- [2] Y. Murakami, “Metal Fatigue: Effect of Small Defects and Nonmetallic Inclusions”, Yokendo Ltd (1993), p.265.
- [3] T. Sakai, M. Takeda, N. Tanaka, M. Kanemitsu, N. Oguma and K. Shiozawa, “*S-N* Property and Fractography of High Carbon Chromium Bearing Steel over Ultra Wide Life Region under Rotating Bending”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 67, No. 663, pp. 1805-1812 (2001).



## 第 6 章

# JIS2 号軽油中の 4 点曲げ疲労特性に 及ぼす燃料劣化の影響

### 6.1 はじめに

ディーゼル車に使用される軽油燃料は長期間放置すると劣化し変色する[1]。また、近年 CO<sub>2</sub> の排出削減、化石燃料の枯渇問題を背景に、ディーゼル車への利用が拡大しているバイオディーゼル燃料も酸化劣化することが知られている[2,3]。コモンレールシステムの部品がこのような劣化した燃料に曝されると腐食が発生し、燃料の内圧により高応力が発生する部品の燃料通路孔の交差部では疲労破壊の発生が懸念される。したがって、ディーゼル車に使用される燃料の劣化度合いが強度に及ぼす影響を把握し、部品設計に反映していく必要がある。これまで、皮籠石ら[4]はバイオディーゼル燃料の Al 合金の疲労強度への影響を報告しているが、コモンレールシステムの部品に使用されている浸炭焼入れ鋼や軸受鋼などの高強度鋼に対し、燃料の劣化度合いが疲労強度に及ぼす影響を評価した研究例は見当たらない。

そこで本章では、燃料の劣化度合いが浸炭焼入れ鋼 SCM415 の疲労強度に及ぼす影響を検討するため、第 3 章で確立した燃料中の疲労強度評価手法を用いて、燃料が酸化劣化する条件で 4 点曲げ疲労試験を行う。そして、第 3 章で述べた燃料性状を安定に保った条件で取得した疲労強度と比較し、破壊形態の違いから疲労強度に及ぼす燃料の劣化度合いの影響を検討する。また、劣化した燃料中における疲労強度低下原因についても起点部の破壊形態から検討する。

## 6.2 実験方法

### 6.2.1 供試材

供試材は第3章で用いた試験片と同一で、クロムモリブデン鋼 SCM415 の丸棒素材から、Fig. 3.1 に示す寸法の試験片を作製し、真空浸炭の熱処理を施した。熱処理後の試験片の出来栄を Table 6.1 にまとめて示す。

### 6.2.2 疲労試験

燃料中の疲労試験は、第3章で試験方法の妥当性を確認した燃料循環システムを備えた島津製作所製の電気油圧サーボ式疲労試験機（型名：Lab-5）を使用して行った。本章で使用した燃料は JIS2 で、試験条件は試験槽の状態以外、第3章で述べた方法と同一である。Table 6.2 に試験条件をまとめて示す。また、試験片表面に負荷する曲げの引張応力  $\sigma$  の算出も第3章と同様で次式を用いて計算した。

Table 6.1 Microstructure and mechanical properties of specimen.

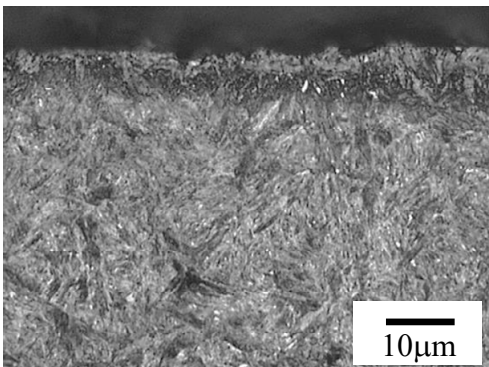
|                                     |  |
|-------------------------------------|--|
| Microstructure of the cross section |  |
| Surface Vickers hardness $HV$       | 708  |
| Effective case-hardened depth       | 0.61 mm  |
| Surface residual stress $\sigma_r$  | -173 MPa   |
| Maximum height roughness $R_z$      | 2.29 $\mu\text{m}$   |



Table 6.2 Fatigue test condition.

|  |   |
|--|---|
| Test method                            | 14S-N   |
| Loading condition                      | 4-point bending   |
| Stress ratio $R$                       | 0.05  |
| Test frequency $f$                     | 20 Hz   |
| Fuel                                   | JIS2  |
| Temperature at the testing chamber $T$ | $80 \pm 3$ °C   |
| Fuel change interval                   | 7 days  |
| Fatigue limit $\sigma_w$               | Fatigue strength at $N_f = 10^7$<br>by Staircase method [5] |

$$\sigma = \frac{3F(L-l)}{2bd^2} \quad (6-1)$$

ここで、 $F$ ：荷重 (N)， $L$ ：下部スパン (= 30 mm)， $l$ ：上部スパン (= 10 mm)， $b$ ：試験片幅 (= 10 mm)， $d$ ：試験片厚さ (= 6 mm) である。

燃料の劣化度合いが疲労強度へ及ぼす影響を検討するため試験槽を開放状態にし、JIS2 が空気に触れることで酸化劣化するようにした。その状態で JIS2 を循環中に定期的に汲み取り、電位差測定法で全酸価 TAN を測定した結果を Fig. 6.1 に示す。試験槽を開放状態にすることで燃料の劣化度合い、すなわち全酸価の値が時間の経過とともに上昇することを確認した。また、燃料の交換頻度は、第 3 章で述べた試験槽を密閉状態にした時の JIS2 と揃え、7 d (168 hr) とした。

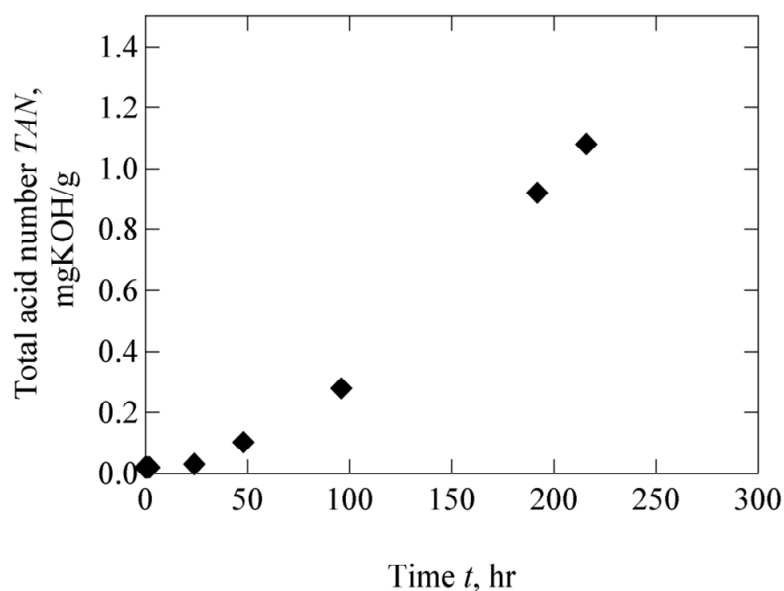


Fig. 6.1 Fuel degradation degree in JIS2 under released state.

## 6.3 実験結果および考察

### 6.3.1 疲労試験結果

試験槽を開放状態にした時の JIS2 中における疲労試験結果を Fig. 6.2 に示す．縦軸に応力振幅  $\sigma_a$ ，横軸に破断繰返し数  $N_f$  をそれぞれ対数で示している．また，傾斜部の破線は最小二乗法で求めた平均線である．なお，燃料の劣化度合いの違いによる疲労強度を比較するため，第3章で述べた試験槽を密閉状態にして取得した JIS2 中の試験結果も併せて示す．短寿命側から  $N_f = 10^7$  までの長寿命側において疲労強度は概ね一致し，試験槽の状態の違いによる疲労強度差は見られなかった．

Fig. 6.3 にステアケース法で求めた  $N_f = 10^7$  の疲労限度  $\sigma_w$  の結果を示す．開放状態の時の疲労限度は  $\sigma_w = 371 \text{ MPa}$ （標準偏差  $s = 19 \text{ MPa}$ ）となり，密閉状態の時の疲労限度  $\sigma_w = 388 \text{ MPa}$  とほぼ一致した．

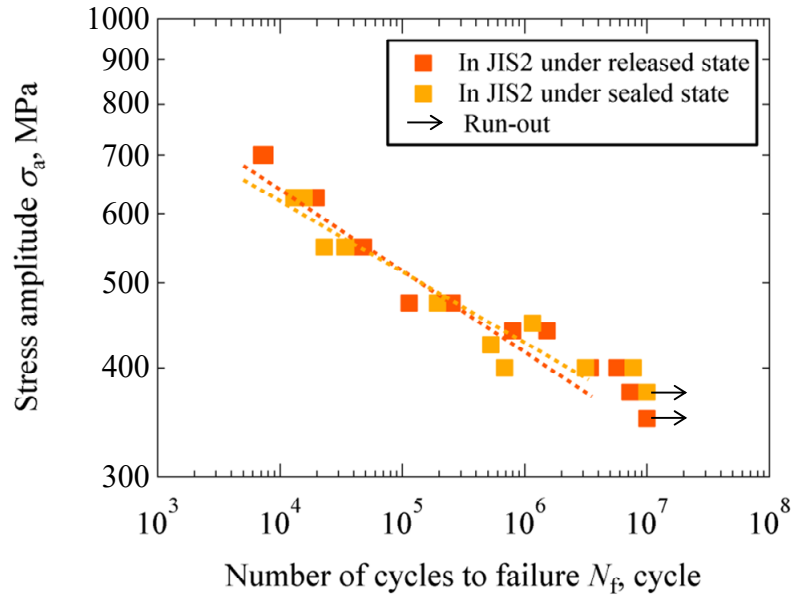


Fig. 6.2  $S$ - $N$  diagram of SCM415 tested in JIS2 under released and sealed state.

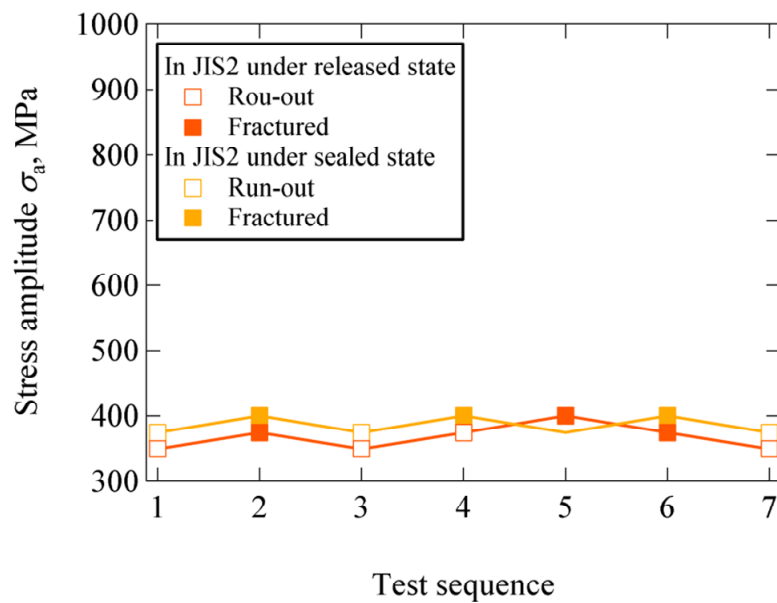


Fig. 6.3 Result of fatigue limit at  $N_f = 10^7$  by staircase method.

### 6.3.2 破面, 表面観察結果

試験後の試験片の破壊起点を SEM で観察した. 試験槽を解放状態にした時の代表的な破面を Fig. 6.4 に示す. なお, 試験槽を密閉状態にした時の破面観察結果は第3章で述べたため割愛する. その結果, 起点位置は表面と, 内部の2パターン確認できた. 起点部には表面の場合は粒界割れが, 内部の場合はファセットが見られ (SEM 写真上で点線で囲った領域), 起点部周りには粒内破壊とファセットの混在領域が見られた. また, 表面起点の一部のものと, 内部起点のものには介在物が確認でき, 内部起点の一部にはフィッシュアイが観察された (Fig. 6.4 (d)). 起点部に見られた介在物を EDS で元素分析を行った結果を Fig. 6.5 に示す. 介在物からは被削性向上のために添

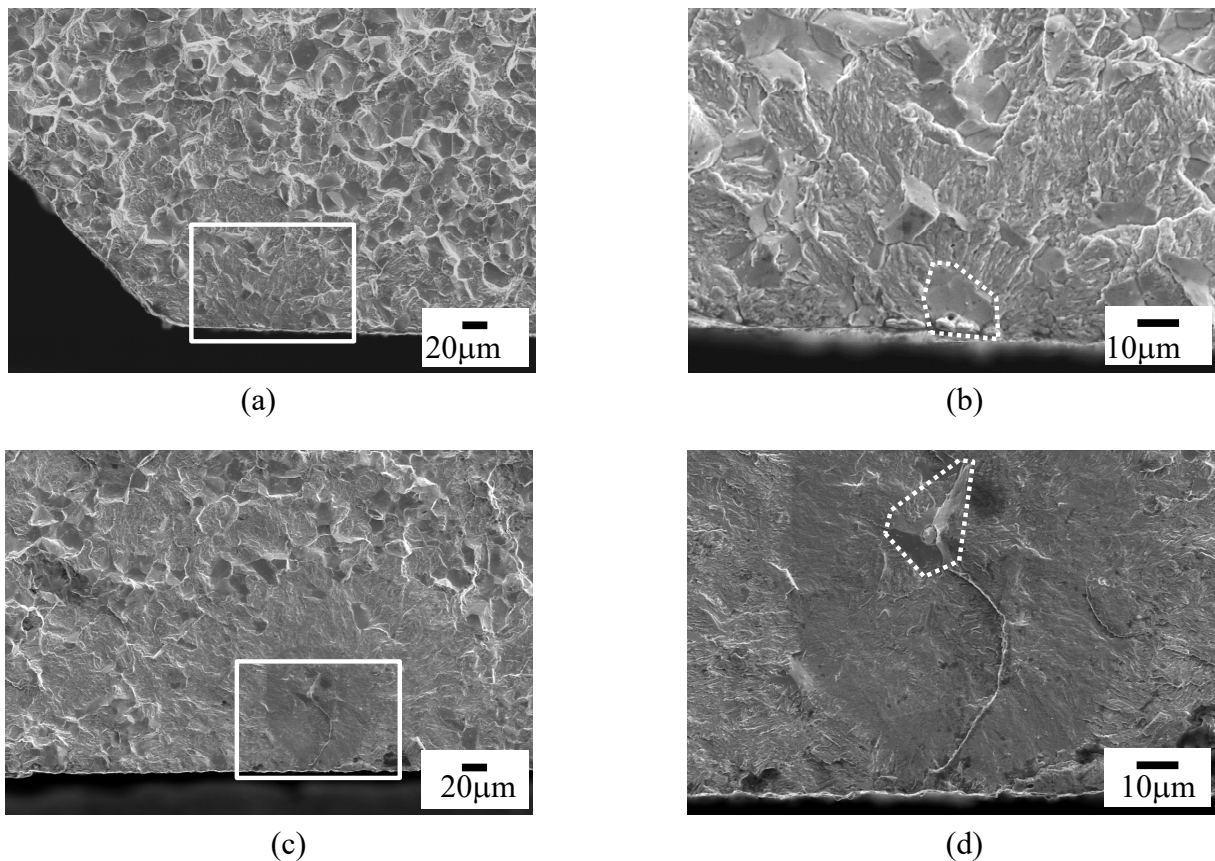


Fig. 6.4 SEM images of fracture surface tested in JIS2 under released state; (a) surface origin in the case of  $\sigma_a = 625$  MPa,  $N_f = 1.6 \times 10^4$ , (b) facet observed at the rectangular area indicated in (a), (c) internal origin in the case of  $\sigma_a = 400$  MPa,  $N_f = 3.4 \times 10^6$ , and (d) facet observed at the rectangular area indicated in (c).

加した Bi（ビスマス）を検出した。

試験片の破面を 30°傾け、起点部近傍の表面を SEM で観察した結果を Fig. 6.6 に示す。起点部とその周りには明確な腐食痕は確認できなかった。

### 6.3.3 破壊起点別の $S-N$ 線図

起点部の破面観察結果より、破壊起点位置の違いで  $S-N$  線図を層別し直した結果を Fig. 6.7 に示す。試験槽の状態に関係なく、 $N_f < 3.8 \times 10^4$  の短寿命側では表面起点型破

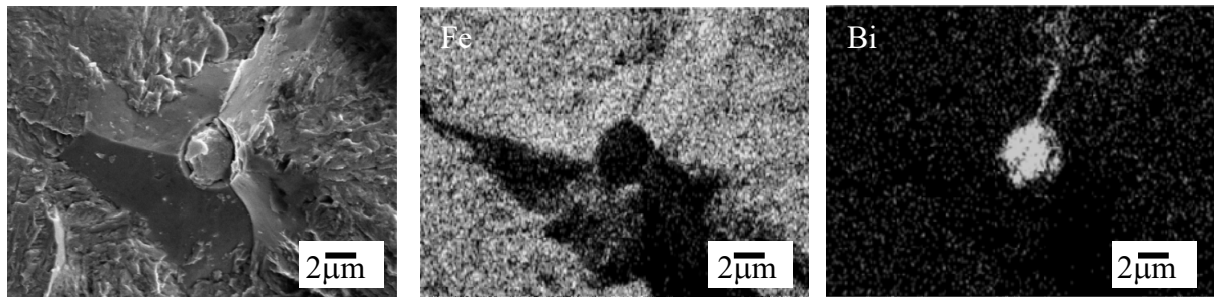


Fig. 6.5 EDS elemental mapping images of Fe and Bi tested in JIS2 under released state,  $\sigma_a = 400$  MPa,  $N_f = 3.4 \times 10^6$ .

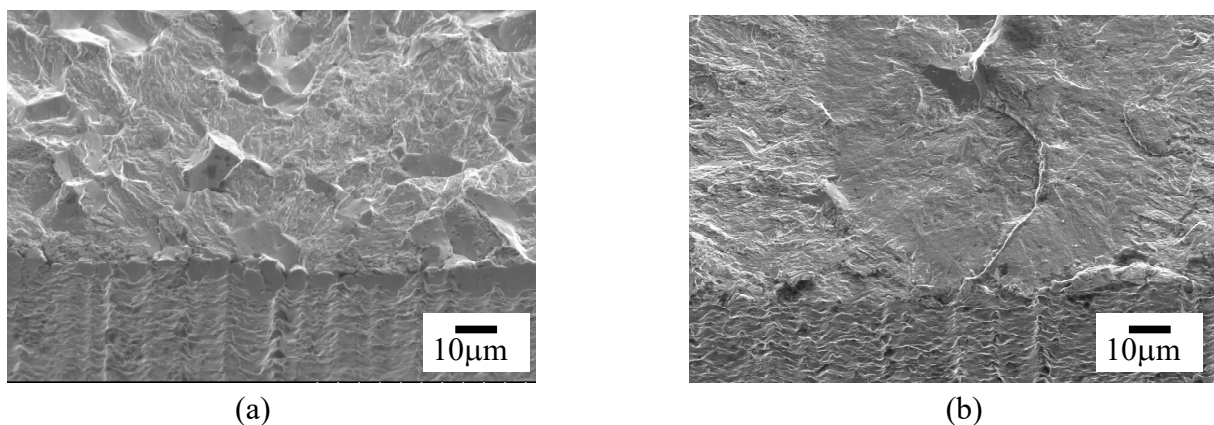


Fig. 6.6 SEM images of tensile side surface near the fracture origin tested in JIS2 under released state when the fracture surface is tilted by 30°; (a)  $\sigma_a = 625$  MPa,  $N_f = 1.6 \times 10^4$ , and (b)  $\sigma_a = 400$  MPa,  $N_f = 3.4 \times 10^6$ .

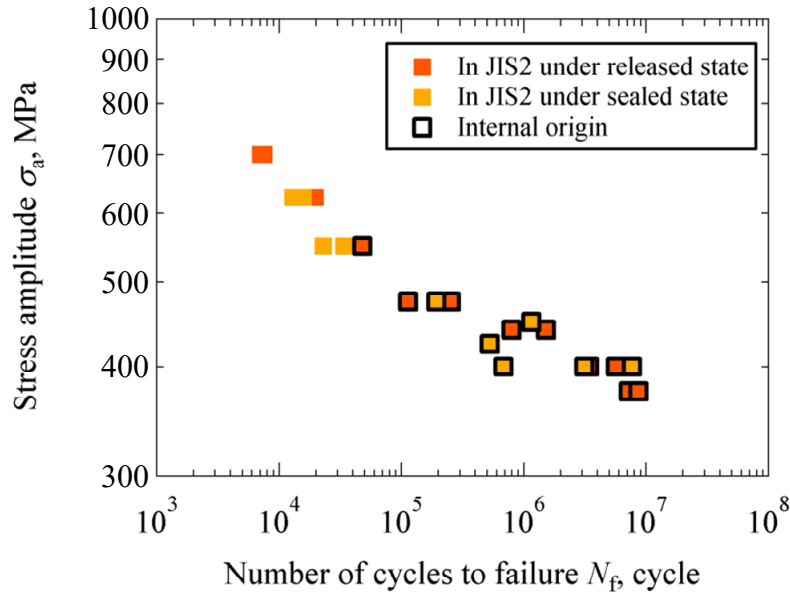


Fig. 6.7 S-N diagram classified into each location of the fracture origin.

壊,  $4.8 \times 10^4 < N_f < 10^7$  の範囲では内部起点型破壊をしていた. Fig. 6.1 の燃料性状の分析結果より, 試験槽を開放状態にすると試験開始から約 50 hr 後, すなわち  $N_f > 3.6 \times 10^6$  から全酸価の値は大きくなり, Fig. 3.9 (a)に示した密閉状態の時と差が生じる. 第5章で述べたように, 本章で用いた試験片は Bi を添加しているため, 内部でファセットが起きやすい. この影響が大きく Bi 起因の内部起点型破壊が起きたため, 全酸価の影響を受けず強度に差が現れなかった可能性が考えられる.

そこで, 燃料の交換基準である 7 d 以降の JIS2, すなわち全酸価の値が高い劣化した JIS2 を使用し, 表面起点型破壊が起きる高応力で疲労試験を行った. 劣化した JIS2 中における S-N 線図を Fig. 6.8 に示す.  $N_f < 1.2 \times 10^4$  で, 劣化した JIS2 中では疲労強度が短寿命側へシフトする傾向が認められた. 短寿命側へシフトした試験片の破壊起点を, SEM で観察した代表的な破面を Fig. 6.9 に示す. 破壊起点は粒界割れであることが確認できた. この結果より, 全酸価の値が高い劣化した燃料は試験片表面に何らかの影響を与え, 表面の粒界割れを起点とする場合の疲労強度を低下させることが分かった.

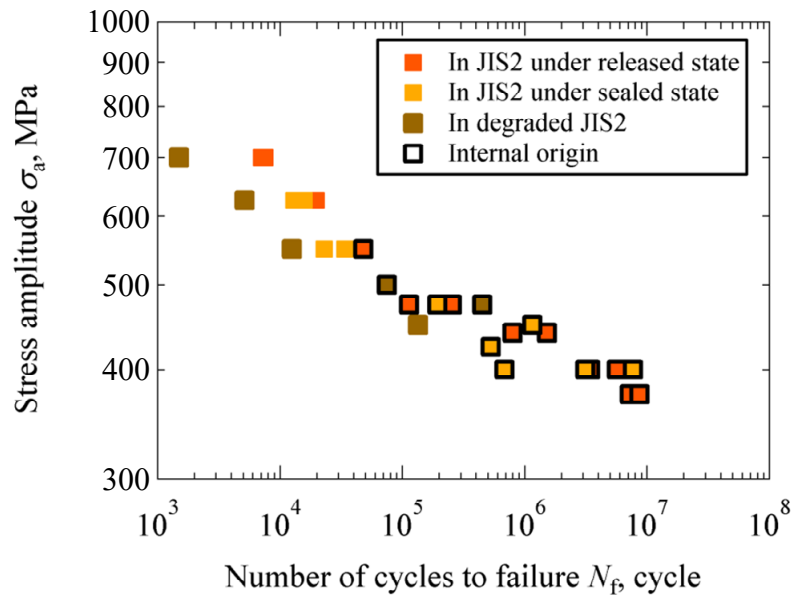


Fig. 6.8  $S$ - $N$  diagram tested in degraded JIS2 classified into each location of the fracture origin.

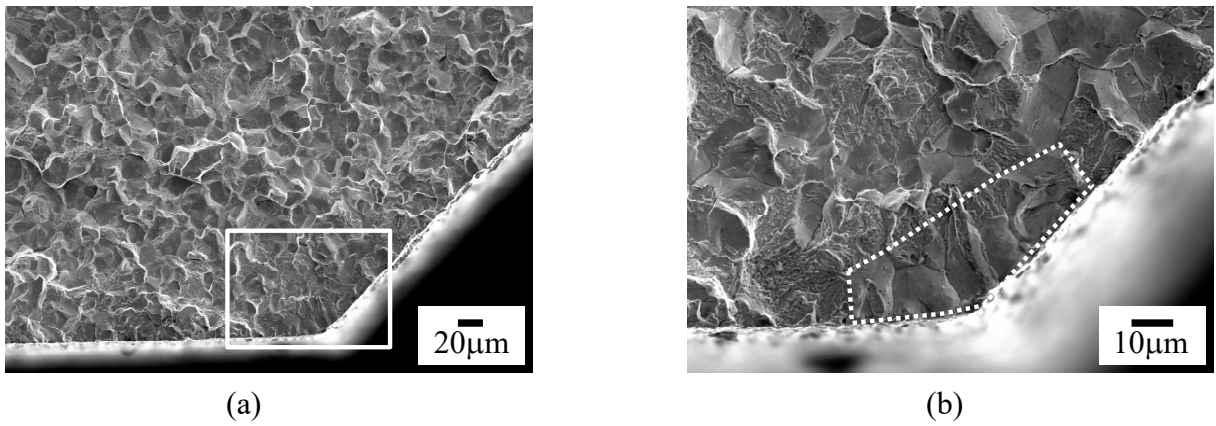


Fig. 6.9 SEM images of fracture surface tested in degraded JIS2; (a) surface origin in the case of  $\sigma_a = 700$  MPa,  $N_f = 1.5 \times 10^3$ , and (b) facet observed at the rectangular area indicated in (a).

第3章から第5章で、含水バイオ燃料中では表面で粒界割れが起き、粒界割れ面積が増加することで疲労強度が低下することを述べた。Fig. 3.9 (b)に示した含水バイオ

燃料の全酸価は燃料循環開始当初から Fig. 3.9 (a)に示した試験槽を密閉した JIS2 より高い. この含水バイオ燃料中の結果は, 今回の劣化した JIS2 中の試験で得られた, 高い全酸価は表面の粒界に影響を及ぼす結果と同様の傾向である. したがって, 含水バイオ燃料中の疲労強度低下にも, 燃料の全酸価が関係している可能性が示唆された.

### 6.3.4 粒界割れ面積を用いた $\Delta K_I$ による強度検討

燃料の交換基準を超えた劣化した JIS2 中の起点部に見られた粒界割れと, 疲労強度低下との関係を調べるため, 表面起点型破壊の粒界割れの面積を  $area_g$  とし, Fig. 6.10 に  $\sqrt{area_g}$  と破断繰返し数  $N_f$  の関係を示す. なお, 内部起点型破壊のものについては, 介在物とファセットが見られた領域を  $area_f$  とし,  $\sqrt{area_f}$  と  $N_f$  の関係を併せて示す. その結果, 疲労強度が低下した劣化した JIS2 中の表面起点型破壊の  $\sqrt{area_g}$  は, 両試験槽状態の短寿命側の劣化していない JIS2 中における  $\sqrt{area_g}$  に比べ, 大きい傾向が見られた. 一方, 内部起点型破壊においては, JIS2 の劣化度合いが異なっても,  $\sqrt{area_f}$  はほぼ同一の値を取り有意差は見られなかった.

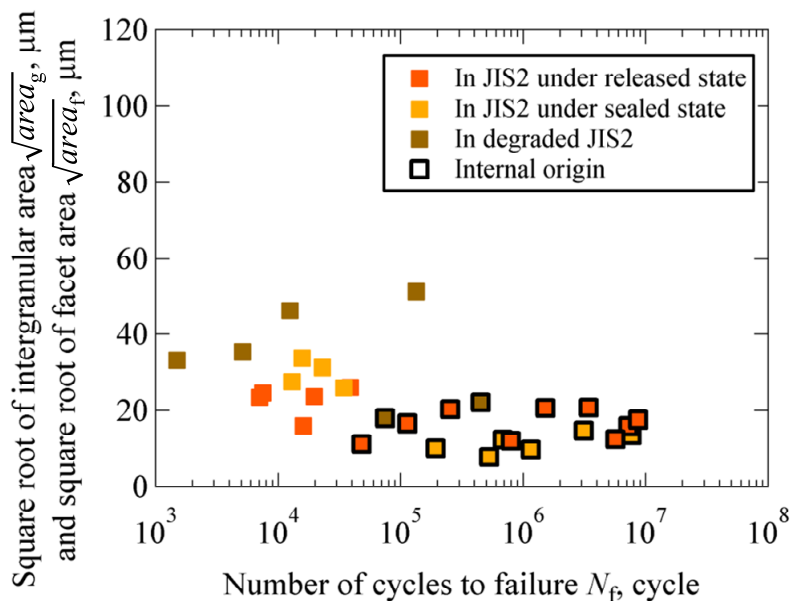


Fig. 6.10 Distribution map of  $\sqrt{area_g}$  and  $\sqrt{area_f}$  at the fracture origin.



過去の研究から破壊起点の介在物もしくは欠陥起点の大きさ（面積）を  $area$  とし、き裂前縁の応拡大係数範囲  $\Delta K_I$  を村上ら[6]による次式で求めると、 $\Delta K_I$  は一定の値になることが知られている[7].

$$\Delta K_I = \begin{cases} 0.65\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{area}} & (\text{表面起点}) \\ 0.50\Delta\sigma\sqrt{\pi\sqrt{area}} & (\text{内部起点}) \end{cases} \quad (6-2)$$

ここで  $\Delta\sigma$ : 応力範囲 ( $= \sigma_{\max} - \sigma_{\min}$ ) である. 式(6-2)の  $\sqrt{area}$  に表面起点の場合は  $\sqrt{area_g}$  を, 内部起点の場合は  $\sqrt{area_f}$  を代入し応力拡大係数範囲  $\Delta K_I$  を求めた結果を Fig. 6.11 に示す. JIS2 の劣化に関係なく表面起点型破壊では  $\Delta K_I = 5.7 \sim 9.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ , 内部起点型破壊では  $\Delta K_I = 2.1 \sim 4.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  となり, 起点位置の違いで分けると劣化度合いに関係なく  $\Delta K_I$  は概ね一定となった.  $\sqrt{area_g}$  を用いると疲労破壊が始まる  $\Delta K_I$  が一定になったことから, 劣化した JIS2 中の強度低下原因の一つは, 内部起点の破壊

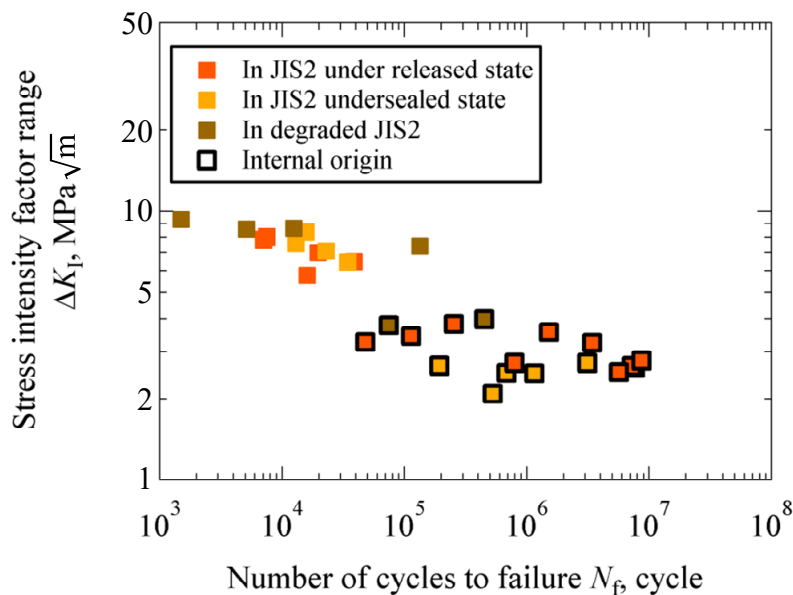


Fig. 6.11 Relationship between stress intensity factor range and number of cycles to failure.

が起こる前に、劣化（高い全酸価）の影響により表面に大きな粒界割れが起きることと考えられる。

## 6.4 ま と め

本章では第3章で確立した燃料中の疲労強度評価手法を用いて、浸炭焼入れ鋼 SCM415 の燃料中の疲労強度に及ぼす燃料劣化の影響を検討した。

試験槽を開放状態にして JIS2 が空気に触れることで酸化劣化する条件で疲労試験を行い、第3章で述べた試験槽を完全に密閉した状態で取得した疲労強度と比較した。その結果、試験槽の状態の違いによる疲労強度差は見られず、試験後の破面も有意差は見られなかった。試験槽を開放状態にすると約  $N_f > 3.6 \times 10^6$  から全酸価の値が大きくなり、密閉状態と差が生じるが、 $N_f > 3.6 \times 10^6$  における破壊形態は Bi 起因の内部起点型破壊であるため、劣化の影響を受けず強度に差が表れなかった可能性が考えられる。

一方、燃料の交換基準を超えた劣化した JIS2 中で、表面起点型破壊が起きる高応力で疲労試験を行ったところ、 $N_f < 1.2 \times 10^4$  における疲労強度が短寿命側へシフトする傾向が認められ、破壊起点は粒界割れをしていた。したがって、劣化（高い全酸価）は試験片表面に何らかの影響を与え、表面起点の疲労強度を低下させるといえる。また、今回の結果より、第3章から第5章で述べた含水バイオ燃料中の疲労強度低下に、含水バイオ燃料の全酸価が関係している可能性が示唆された。

劣化した JIS2 中の起点部に見られた粒界割れと疲労強度低下との関係を調べるため、起点部に見られた粒界割れの面積を  $area_g$  とし、燃料劣化度合いの違いで  $\sqrt{area_g}$  を比較した。その結果、劣化した JIS2 中の  $\sqrt{area_g}$  は、劣化をしていない JIS2 中の  $\sqrt{area_g}$  に比べ、大きい傾向が見られた。 $\sqrt{area_g}$  を用いて求めた  $\Delta K_I$  は、劣化度合いに関係なく概ね一定の値となった。したがって、劣化した JIS2 中の強度低下原因の一つは、全酸価の影響により表面に大きな粒界割れが起きることと考えられる。

## 参考文献

- [1] 一般財団法人石油エネルギー技術センター, “石油製品備蓄に関する調査”.
- [2] Y. Yoshimoto and E. Kinoshita, “Applied Technology of Vegetable Oils for Diesel Engines -Use of Biodiesel Fuel”, Journal of the Combustion Society of Japan, Vol. 51, No. 156, pp. 121-128 (2009).
- [3] K. Yamane, “Effect of Antioxidants on Biodiesel Fuel”, Japan Oils Chemists’ Society, Vol. 12, No. 5, pp. 189-195 (2015).
- [4] N. Kawagoishi, Y. Maeda, E. Kinoshita, K. Hayashi, H. Maeda and K. Kariya, “Effect of Biodiesel Fuel on a Fatigue Crack Growth Behavior of Al Cast Alloy”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 78, No. 796, pp. 1602-1609 (2012).
- [5] The Japan Society of Mechanical Engineers Standard, Standard Method of Statistical Fatigue Testing, JSME S 002-1994 (1994).
- [6] Y. Murakami, “Metal Fatigue: Effect of Small Defects and Nonmetallic Inclusions”, Yokendo Ltd (1993), p.265.
- [7] T. Sakai, M. Takeda, N. Tanaka, M. Kanemitsu, N. Oguma and K. Shiozawa, “*S-N* Property and Fractography of High Carbon Chromium Bearing Steel over Ultra Wide Life Region under Rotating Bending”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 67, No. 663, pp. 1805-1812 (2001).



## 第 7 章

# 含水バイオ燃料中における 疲労強度低下の推定メカニズム

### 7.1 はじめに

第 3 章から第 6 章では，コモンレールシステムの部品に使用されている浸炭焼入れ鋼 SCM415 に対し，新規に作製した燃料中の 4 点曲げ疲労強度評価設備を用いて，粗悪燃料を想定した含水バイオ燃料中，および劣化度合いを変えた JIS2 中で疲労試験を実施した．各章で行った疲労試験と強度低下原因の検討結果から，含水バイオ燃料中の疲労強度低下に関して以下の結果を得た．

- (1) 含水バイオ燃料中で疲労強度が低下した試験片の破壊起点は表面の粒界割れである．（第 3 章 ～ 第 5 章）
- (2) Bi の影響により試験片内部のファセットが破壊起点となる場合は，燃料の影響を受けず強度低下しないと考えられる．（第 3 章 ～ 第 6 章）
- (3) 含水バイオ燃料中における疲労強度低下原因の一つは，表面起点の粒界割れ面積が増加することと考えられる．（第 3 章 ～ 第 5 章）
- (4) 含水バイオ燃料中の破面の起点部周りには大気中の破面に比べファセットが多く見られたが，き裂進展速度に差はない可能性が示唆された．（第 3 章）
- (5) 粒界割れ面積の増加の要因は，極軽微な腐食または腐食によって発生した水素による脆化の可能性がある．（第 3 章）
- (6) 含水バイオ燃料中の疲労強度低下に燃料の劣化度合い，すなわち全酸価が関係

している可能性がある。(第6章)

これらの結果から、含水バイオ燃料中の疲労強度低下原因の一つである起点部の粒界割れ面積の増加が、強度低下に大きな影響を及ぼしていると考え、粒界割れを引き起こす要因から疲労強度低下のメカニズムの検討を行っていく。

## 7.2 強度低下の推定メカニズムと要因の絞り込み

### 7.2.1 強度低下の推定メカニズム

含水バイオ燃料中で試験を行った試験片の破面の起点部に見られた粒界割れは、第6章から燃料の全酸価が高い方が、すなわち酸が存在する方が起きやすいことが分かっている。これは第3章で述べた腐食または腐食によって発生した水素による脆化により粒界割れ面積の増加が起きる可能性があることと対応する。したがって、起点部に見られた粒界割れの要因を、粒界腐食または水素による粒界脆化と考え、含水バイオ燃料中の疲労強度低下のメカニズムを Fig. 7.1 と以下のように推定した。

- (1) バイオ燃料の主成分である脂肪酸メチルエステルが酸化、もしくは加水分解により劣化が進み、有機酸 ( $\text{R-COOH}$ ) が発生する。
- (2) 含水バイオ燃料中に発生した有機酸が解離 ( $\text{R-COO}^-$ ,  $\text{H}^+$ ) し、試験片表面に軽微な腐食が発生する。
- (3) 試験片表面の腐食反応に伴い、含水バイオ燃料中に水素が発生する[1]。発生した一部の水素が試験片内に拡散性水素として侵入する。
- (4) 試験片内に侵入した拡散性水素が、粒界を脆化させる。
- (5) 有機酸による腐食、または拡散性水素による粒界脆化により、引張応力が発生する試験片表面で粒界割れが発生する。
- (6) 早期に発生した表面の粒界割れが起点となり疲労き裂が発生し、含水バイオ燃料がき裂内部に侵入する。ファセット破壊が起きながらき裂が進展し強度が低下した。

上記の推定メカニズムの中で、含水バイオ燃料中で試験を行った試験片に粒界腐食、または水素による粒界脆化の痕跡がないか確認し、要因の絞り込みを行う。

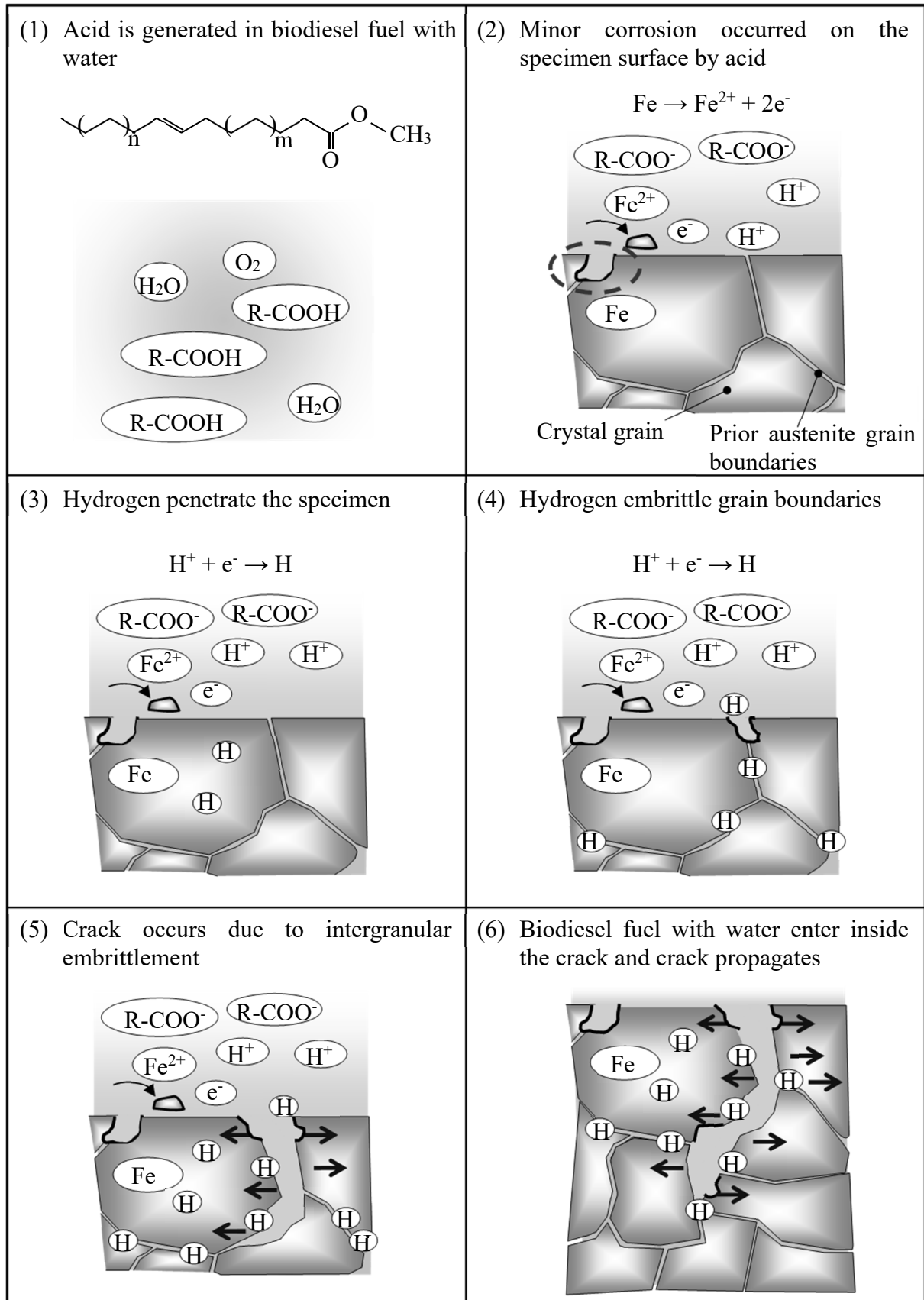


Fig. 7.1 Estimated mechanism of fatigue strength reduction in biodiesel fuel with water.

### 7.2.2 粒界腐食

粒界腐食と水素による粒界脆化の2つの要因のうち、先ず粒界腐食が起点部の粒界破面上に起きていないか確認をする。これまでに含水バイオ燃料中で疲労試験を行った試験片の破面上には、SEM 観察結果から腐食痕がないことを各章内で述べた。しかし、第3章で述べたように表面に研磨を施した試験片の表面には、含水バイオ燃料中の疲労試験後に極軽微な腐食痕が確認できた。仮に破面上で腐食が起きているとすると、表面の腐食の度合いと同様に非常に軽微であることが予想される。そこで、粒界破面上の腐食の有無を判断するため、破面上の O 元素の分析を日本電子社製の FE-EPMA (Field Emission Electron Probe Micro Analysis : 電解放出型電子線マイクロアナライザー, 型名 : JXA-8530F) を用いて行い、O 元素の検出強度の強弱から腐食の有無を判断することとした。第4章で用いた表面に研磨を施した試験片の中で、含水バイオ燃料中で疲労試験を行い強度が低下した試験片 ( $\sigma_a = 500 \text{ MPa}$  で  $N_f = 1.2 \times 10^5$  で破断) に対し、破壊起点部を含む  $120 \times 90 \mu\text{m}^2$  の領域を、ビーム径  $\phi 0.3 \mu\text{m}$  で  $0.3 \mu\text{m}$  間隔で分析した結果を Fig. 7.2 に示す。Fig. 7.2 (a)で破線で囲った粒界割れが見られる破壊起点部は、Fig. 7.2 (b)の O 元素の検出強度を示したマッピング画像から O 元素の検出強度は弱いことが分かる。したがって、起点部の粒界割れ部には腐食痕はなく、粒界腐食によって疲労強度が低下した可能性は低いことが分かった。

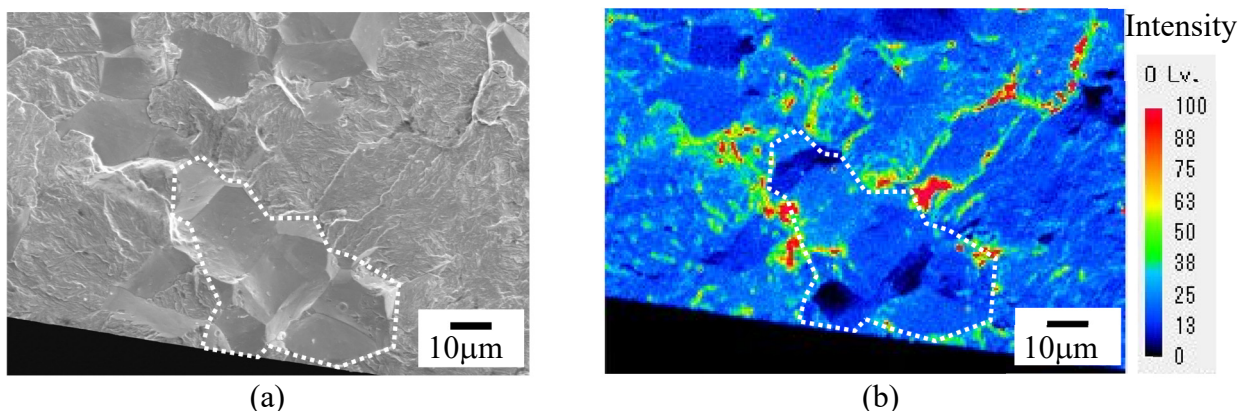


Fig. 7.2 (a) SEM image of crack origin of polished specimen tested in biodiesel fuel with water,  $\sigma_a = 500 \text{ MPa}$ ,  $N_f = 1.2 \times 10^5$ , and (b) FE-EPMA elemental mapping image of O at the same place indicated in (a).



### 7.2.3 水素による粒界脆化

起点部の粒界割れ要因の可能性として考えられるもう一つの水素による粒界脆化を調査するに当たって、粒界脆化の原因となる拡散性水素が、含水バイオ燃料中で試験を行った試験片に存在するか調べた。分析サンプルの作製手順を Fig. 7.3 に示す。第4章で用いたバフ研磨を施した試験片に対し、研磨を施した面とは反対の面から追加加工をし試験片厚さを 6 mm から 2 mm にした。その後、第3章から第5章で行った含水バイオ燃料中の試験条件と同条件で、 $\sigma_a = 350$  MPa の繰返し荷重を  $N_f = 10^5$  に相当する約 3 hr 負荷した試験片と、 $N_f = 10^7$  に相当する約 6 d 負荷した試験片の2種類用意した。試験後、直ちに  $10 \times 5 \times 2$  mm<sup>3</sup> のサイズにカットし、試験片内からの拡散性水素の放出を防ぐため、分析直前まで液体窒素中に保存した。拡散性水素の測定は日本エイピーアイ製の大気圧イオン化質量分析装置（型名：API-MS）を用いて昇温脱離法により行った。昇温速度は 10 °C/min で室温から 500 °C まで昇温した。縦軸に水素放出速度  $R_H$  を、横軸に温度  $T$  をとった分析結果を Fig. 7.4 に示す。なお、比較のため未試験の試験片の分析結果も併せて示す。bcc 金属中における水素拡散は非常に速く、加熱により R.T. ~ 200 °C の間で拡散性水素は放出することが報告されている[2-4]。しかし、含水バイオ燃料中で試験を行った試験片は、未試験の試験片と同様に R.T. ~ 200 °C の間で拡散性水素の放出ピークは見られず、分析サンプルからは拡散性水素は観測されなかった。

含水バイオ燃料中における水素の発生源は、試験片表面でおきる腐食反応と考えており、これまでの試験片表面の観察結果から、腐食の度合いは極軽微であるため水素の発生量も非常に微量であることが予測される。仮に試験片内に水素が侵入したとし

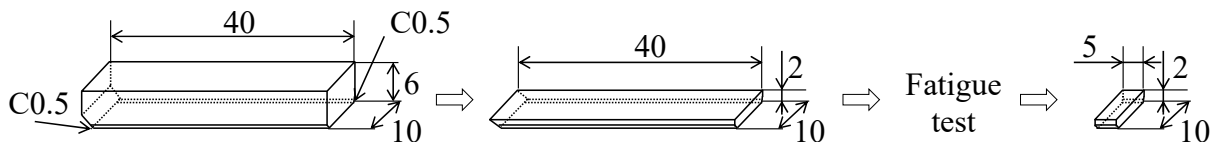


Fig. 7.3 Procedure for preparing analysis specimen (unit in mm).

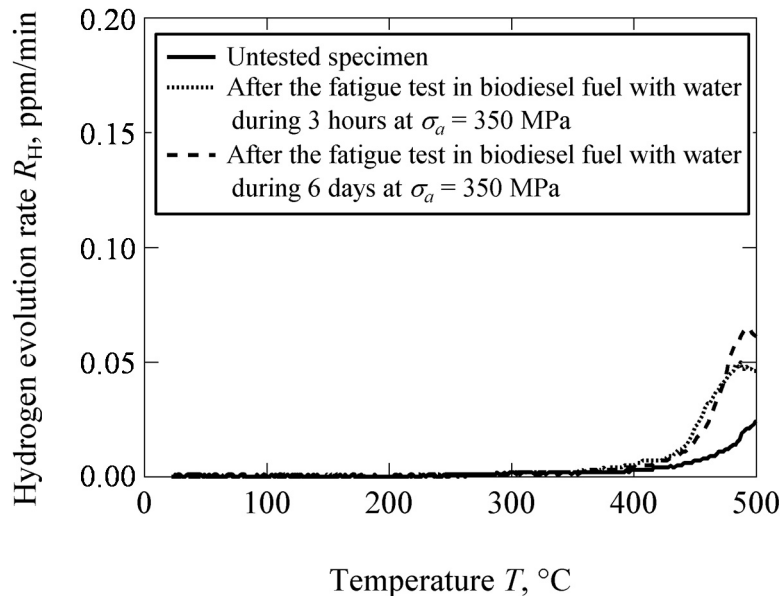


Fig. 7.4 Thermal desorption analysis profile.

ても、水素量は微量であり、また試験片表層にのみ存在している可能性も考えられる。今回分析した昇温脱離法は、 $10 \times 5 \times 2 \text{ mm}^3$ の分析サイズの単位体積当たりの拡散性水素量を分析しており、局所的に存在する拡散性水素の分析には適していない。そのため、検出できなかった可能性が考えられる。

鋼材中の拡散性水素を分析する手法として、今回用いた昇温脱離法以外に、二次イオン質量分析法[5,8]、水素マイクロプリント法[6-8]などがあり、分析サンプルの表面に存在する極微量の拡散性水素の分析には昇温脱離法よりも適していることが報告されている。しかし、本研究で用いた SCM415 は bcc 構造のマルテンサイト組織をしているため拡散性水素の拡散速度は非常に速く、数時間で放出してしまうことが予測される[9]。また分析液と反応して腐食し易いというマイナス面がある。実際に上記の分析手法で、分析サンプルの表面に存在する拡散性水素の分析を試みたが、上記の理由により拡散性水素の検出に不確かな部分があり、含水バイオ燃料中で侵入した拡散性水素と断定することができなかった。したがって、今回の拡散性水素の分析結果からだけでは、含水バイオ燃料中で試験片に拡散性水素が侵入するかどうかは明確にできなかった。

上述のようにマルテンサイト系の鋼材中に極微量で、かつ濃度分布を持った状態で存在する拡散性水素を、精度よく定量的に分析するにはまだ課題があるといえる。今後、上記のような拡散性水素の分析が可能な分析技術が開発されることが望まれる。

以上の起点部の粒界割れ要因の分析結果より、粒界腐食および水素による粒界脆化の両者とも、試験後の試験片から痕跡を確認することができなかった。しかし、拡散性水素の分析に関しては、今回行った分析結果からだけでは拡散性水素の存在有無を断定できず、試験片内に拡散性水素が存在していた可能性がまだ残されている。したがって、水素による粒界脆化は、含水バイオ燃料中における SCM415 の疲労強度低下原因である粒界割れを引き起こす要因の可能性があるといえる。

含水バイオ燃料中における疲労強度低下のメカニズムに関して、Fig. 7.1 の(1)～(6)すべてをまだ実証できていない。メカニズムの一連の現象を一つ一つ実証するためには、まだ多くの課題がある。今後、その課題を一つずつ解決し、含水バイオ燃料中の疲労強度低下のメカニズムが実証され、そして疲労強度予測技術の確立や耐燃料腐食に優れた材料が開発されることで、コモンレールシステムの製品保証に役立てられることを期待する。

## 7.3 ま と め

本章では、第 3 章から第 6 章で種々の試験片に対し含水バイオ燃料中および JIS2 中で疲労試験を行い、その中で得られた結果を基に含水バイオ燃料中における疲労強度低下のメカニズムを検討した。

含水バイオ燃料中の疲労強度低下原因である表面起点の粒界割れ面積の増加が、強度低下に大きな影響を及ぼしていると考えられる。そこで、起点部の粒界割れの要因を粒界腐食または水素による粒界脆化と考え、疲労強度低下のメカニズムを以下のように推定した。まず、バイオ燃料の劣化により有機酸が発生し、有機酸の解離により試験片表面に軽微な腐食が発生する。試験片表面の腐食反応に伴い水素が発生し、その一部が試験片内に拡散性水素として侵入する。そして、有機酸による粒界腐食、または拡散性水素による粒界脆化により試験片表面で粒界割れが発生し、そこから疲労き裂が発生する。さらに含水バイオ燃料がき裂内に侵入しファセット破壊が起きながらき裂が進展し、強度が低下したと考えた。

推定メカニズムの中における粒界割れの要因を絞り込むため、含水バイオ燃料中で試験をした試験片で、粒界腐食と水素による粒界脆化の痕跡がないか分析を行ったが、いずれも確認することができなかった。ただし、拡散性水素の分析に関しては、今回行った分析結果からだけでは拡散性水素の存在有無を断定できず、拡散性水素が存在していた可能性が残されている。したがって、水素による粒界脆化は、含水バイオ燃料中における SCM415 の疲労強度低下原因である粒界割れを引き起こす要因の可能性があると見える。

## 参考文献

- [1] H. Ikeda, “Hydrogen Embrittlement of High Strength Martensitic Stainless Steels”, Sanyo Technical Report, Vol. 9, No.1, pp. 50-58 (2002).
- [2] T. Hojo, H. Waki and F. Nishimura, “Evaluation for Hydrogen Embrittlement Properties of Tempered Martensitic Steel Sheets Using Several Testing Technique”, Tetsu-to-Hagané, Vol. 100, No. 10, pp.1306-1314 (2014).
- [3] Y. Tsuchida, “Change in State of Hydrogen in High Strength Martensitic Steel after Hydrogen Susceptibility Tests of SSRT and CSRT”, Journal of High Pressure Institute of Japan, Vol. 52, No. 6, pp.315-322 (2014).
- [4] K. Takai, “Hydrogen Existing States in Metals”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 70, No. 696, pp. 1027-1035 (2004).
- [5] K. Takai, “Visualization of Hydrogen in Steels by Secondary Ion Mass Spectrometry”, Zairyo-to-Kankyo, Vol. 49, No. 5, pp. 271-276 (2000).
- [6] S. Kuramoto and M. Kanno, “Visualization of Hydrogen in Metals by Hydrogen Microprint Technique”, Zairyo-to-Kankyo, Vol. 49, No. 5, pp. 265-270 (2000).
- [7] T. Ihara and G. Itoh, “Behavior of Hydrogen in Al-Mg Alloys Investigated by Means of Hydrogen Microprint Technique”, Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 53, No. 12, pp. 575-581 (2003).
- [8] T. Haruna, “Development and Advancement of Hydrogen Detection Techniques Employed in Research on Hydrogen Embrittlement”, Zairyo-to-Kankyo, Vol. 63, No. 3, pp. 76-83 (2014).
- [9] H. Hirukawa, Y. Furuya and M. Hayakawa, “Effect of Hydrogen on the Gigacycle Fatigue Properties of Low Alloy Steel”, Tetsu-to-Hagané, Vol. 93, No. 9, pp.600-606 (2007).



## 第 8 章

# 結 論

本研究では，コモンレールシステムの部品の使用環境である燃料中の強度評価手法を確立し，粗悪燃料を想定した含水バイオ燃料中における浸炭焼入れ鋼 SCM415 の静的強度と疲労強度の明確化，および強度低下の原因を特定した．本研究により得られた結果は，次のようにまとめられる．

第 2 章では，燃料中の静的強度評価手法を確立し，その評価手法を用いて SCM415 の含水バイオ燃料中の静的強度の明確化と，強度低下のメカニズムの検討を行った．その結果，含水バイオ燃料中の静的強度は約 1000 MPa で，大気中の引張強度 2033 MPa に比べ大幅に低下した．試験後の破面，表面観察から，破面の破壊起点部周辺には粒界破面が確認でき，また起点部近傍の表面には腐食痕が認められた．このことから，静的強度の低下要因として水素吸蔵による粒界脆化と，表面荒れによる応力集中が考えられた．主要因を特定するため，各単独要因の強度低下量を求めた結果，今回の試験条件では水素吸蔵による粒界脆化が静的強度の低下の主要因であることが分かった．また，含水バイオ燃料中で静的強度が低下した原因は，拡散性水素が粒界強度に影響を与え，粒界が脆化する領域が試験時間に依存して増えたためと考えられる．

第 3 章では，燃料中の疲労強度評価手法を確立し，その評価手法を用いて SCM415 の含水バイオ燃料中の疲労強度の明確化と強度低下の原因を検討した．その結果，含水バイオ燃料中の疲労強度は短寿命側で大気中および JIS2 中に比べ低下した．試験後の破面観察から，含水バイオ燃料中で疲労強度が低下した試験片の破壊起点は表面の

ファセットで、そのファセットは結晶方位解析から粒界割れである可能性が高いことが分かった。起点に見られた粒界割れの面積を  $area_g$  とすると、含水バイオ燃料中の  $\sqrt{area_g}$  は破断繰返し数が増えるほど大きい傾向を示した。 $\sqrt{area_g}$  を用いて求めた  $\Delta K_I$  は試験環境に関係なく概ね一定の値となったことから、含水バイオ燃料中における疲労強度低下原因の一つは、表面起点部の粒界割れ面積が増加することと考えられる。そして、この粒界割れ面積の増加は、極軽微な腐食または腐食によって発生した水素による脆化で起きた可能性が示唆された。一方、含水バイオ燃料中の破面の起点部周りには大気中の破面と比べファセットが多く見られた。しかし、FRASTA 解析から、ファセット率の違いではき裂進展速度に差は生じない可能性が示唆された。したがって、含水バイオ燃料中の疲労強度低下には、起点部に見られた粒界割れ面積の増加が深く関係していると考えられる。また、破壊起点位置が内部にあると含水バイオ燃料の影響を受けず、強度低下を起こさない可能性が考えられる。

第4章では、第3章で確立した燃料中の疲労強度評価手法を用いて（第5章、第6章も同様）、SCM415 の試験片表面に施した研磨による含水バイオ燃料中の疲労強度向上効果を検討した。試験片表面に研磨を施すと含水バイオ燃料中の疲労強度は、大気中の疲労強度から低下せず、また研磨を施していない試験片よりも向上した。試験後の破面を観察した結果、破壊起点は共に表面の粒界割れで、含水バイオ燃料中における破壊形態は同じであった。そこで、試験片表面に施した研磨により出来栄えに差が生じた表面残留応力と表面粗さの疲労強度への影響を検討した結果、疲労強度の向上は表面の圧縮残留応力による効果であることが分かった。また、燃料中における残留応力の効果は、平均応力と等価と考えてよいといえる。一方、残留応力の影響を差し引くと、研磨を施した試験片も、研磨を施していない試験片と同様に、含水バイオ燃料中で疲労強度が低下していた。この疲労強度低下の原因は、第3章で述べた原因と同様で、含水バイオ燃料の影響により表面起点部の粒界割れ面積が増加することと考えられる。

第5章では、SCM415 の添加元素 Bi が含水バイオ燃料中の疲労強度に及ぼす影響を検討した。その結果、Bi を添加していない試験片は、Bi を添加している試験片に対し疲労強度が大幅に向上した。疲労強度の向上は Bi を添加しないことで粒界割れやファセットが起き難くなったためと考えられる。しかし、Bi を添加していない試験片も、含水バイオ燃料中では表面の粒界割れが起点となり疲労強度が低下した。この



疲労強度低下の原因は第3章で述べた原因と同様で、含水バイオ燃料の影響により表面で粒界割れが起き、起点部の粒界割れ面積が増加することと考えられる。また、Biを添加した試験片の含水バイオ燃料中における内部起点型破壊の疲労強度が大気中に比べ低下しなかったのは、含水バイオ燃料の影響よりもファセットを引き起こすBiの影響が勝り、燃料影響を受けない試験片内部が起点になったためと考えられる。

第6章では、SCM415の燃料中の疲労強度に及ぼす燃料劣化の影響を検討した。燃料の交換基準を超えた劣化したJIS2中で、表面で粒界割れが起きる高応力で疲労試験を行ったところ、時間強度が短寿命側へシフトする傾向が認められた。劣化（高い全酸価）は試験片表面に何らかの影響を与え、表面起点の疲労強度を低下させるといえる。またこの結果より、第3章から第5章で述べた含水バイオ燃料中の疲労強度低下にも、含水バイオ燃料の全酸価が関係している可能性が示唆された。劣化したJIS2中における疲労強度低下原因は、全酸価の影響により表面に大きな粒界割れが起きることと考えられる。一方、破壊起点が内部にあると劣化した燃料中でも疲労強度は低下せず、劣化の影響を受けない可能性が考えられた。

第7章では、第3章から第6章で得られた結果を基に、含水バイオ燃料中の疲労強度低下原因である表面起点部の粒界割れ面積の増加要因を、粒界腐食または水素による粒界脆化と考え、疲労強度低下のメカニズムを推定した。粒界割れの要因を絞り込むため、含水バイオ燃料中で試験をした試験片で、粒界腐食と水素による粒界脆化の痕跡がないか分析を行ったが、いずれも確認する事ができなかった。ただし、拡散性水素の分析に関しては、本研究で使用したSCM415に対し精度よく測定できる手法がなく検出できなかった可能性があり、拡散性水素が存在していた可能性が残されている。したがって、水素による粒界脆化は、含水バイオ燃料中におけるSCM415の疲労強度低下原因である粒界割れを引き起こす要因の可能性があると見える。

第7章で述べた推定メカニズムのすべてをまだ実証できていない。今後、含水バイオ燃料中の疲労強度低下のメカニズムが実証され、そして疲労強度予測技術の確立や耐燃料腐食に優れた材料が開発されることで、コモンレールシステムの製品保証に役立てられることを期待する。



## 関 連 業 績

### 投稿論文

- (1). Shu Kagami, Susumu Miyakawa, and Nobuyuki Miyamoto, “Strength Properties under Constant Load of SUJ2 Bearing Steel in Biodiesel Fuel with Water”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, in press. 〈第 2 章〉
- (2). Shu Kagami, Akira Ueno, Naoya Ishibashi, Hayato Honma, Benjamin Guennec, Susumu Miyakawa, and Nobuyuki Miyamoto, “4-Point Bending Fatigue Properties of Vacuum Carburized SCM415 using Fatigue Strength Evaluation Method in Biodiesel Fuel with Water”, Transactions of Society of Automotive Engineers of Japan, in press. 〈第 3 章〉
- (3). Shu Kagami, Akira Ueno, Susumu Miyakawa, Nobuyuki Miyamoto, Naoya Ishibashi, and Benjamin Guennec, “Fatigue Properties of High-Strength Steel in Diesel Oil”, Procedia Structural Integrity, Vol. 2, pp. 1738-1745 (2016). 〈第 6 章〉

### 国際学会発表

- (1). Shu Kagami, Akira Ueno, Susumu Miyakawa, Nobuyuki Miyamoto, Naoya Ishibashi, and Benjamin Guennec, “Fatigue Properties of High-Strength Steel in Diesel Oil”, 21<sup>st</sup> European Conference on Fracture, Catania, Italy.

### 国内学会発表

- (1). 各務周, 上野明, 石橋直也, 本間勇人, Guennec Benjamin, 宮川進, 宮本宣幸, “ディーゼル燃料中における高強度鋼 SCM415 の疲労特性”, 日本材料学会第 33 回疲労シンポジウム, 赤穂ハイッ.

- (2). 上野明, 各務周, 石橋直也, 本間勇人, Guennec Benjamin, 宮川進, 宮本宣幸, “軽油中における SCM415 の 4 点曲げ疲労特性”, 第 65 期日本材料学会総会・学術講演会, 富山大学.

## 謝 辞

本論文は、著者が株式会社デンソー材料技術部に在職のかたわら、立命館大学大学院理工学研究科 博士課程後期課程に 2015 年 4 月より 3 年間に在学し、立命館大学理工学部 上野明教授のご指導の下で研究成果をまとめたものです。上野教授には本研究活動や論文作成において常に適切な助言と多くの有益な示唆を賜りました。心より感謝致しております。また、ご多忙中にもかかわらず本論文の審査の労を取って頂くとともに、数々の貴重なご意見を賜りました立命館大学 鳥山寿之教授、伊藤隆基教授、福岡大学 江原隆一郎教授に深く感謝の意を表します。

さらに、折に触れアドバイスを頂きました立命館大学 Guennec Benjamin 助教に感謝致します。上野研究室の卒業生である石橋直也様、現 M2 の本間勇人様、現 B4 の伊吹健様には共に研究を進め支えて頂き感謝しております。そして、細やかなお心遣いを頂いた菅原裕美子教授秘書にも感謝しております。

そして、本博士課程入学の機会を与えて下さるとともに、本研究の遂行及び本論文のとりまとめに対しご配慮を頂きました株式会社デンソーの石川智則部長、杉浦慎也部長、稲吉成彦室長、宮川進技師、宮本宣幸課長および材料基盤技術室の皆様方に心より感謝いたします。

最後に、研究に専念できるように温かく見守ってくれた両親と妻 綾子に感謝します。

2017 年 12 月

各務 周