

Mo 系焼結鋼の冷間鍛造および熱処理による
機械的特性向上に関する研究

2019 年 3 月

群馬大学大学院理工学府知能機械創製理工学領域

鎌腰 雄一郎

目 次

第1章 序論	1
1.1 研究の背景	1
1.2 鉄基焼結原料粉およびその高強度化法	5
1.2.1 添加元素による金属組織強化手法	6
1.2.2 その他高強度化手法	9
1.3 高強度焼結製品開発に向けた研究課題	11
1.3.1 溶製材の熱間鍛造および冷間鍛造	11
1.3.2 焼結材の熱間鍛造	13
1.3.3 焼結材の冷間鍛造	15
1.4 本研究の目的	18
1.5 本論文の構成	20
参考文献.....	22
第2章 焼結冷間鍛造材の金属組織に及ぼす諸条件の影響.....	26
2.1 緒言.....	26
2.2 金属組織に及ぼす一次焼結条件の影響評価	27
2.2.1 供試材および実験方法.....	27
2.2.2 結果および考察.....	32
2.3 金属組織におよぼす冷間鍛造条件の影響評価	44
2.3.1 供試材および実験方法.....	44
2.3.2 結果および考察.....	46
2.4 結言.....	57
参考文献.....	59

第 3 章 焼結冷間鍛造材および熱処理材の機械的特性.....	61
3.1 緒言.....	61
3.2 曲げ強度特性におよぼす一次焼結と冷間鍛造および熱処理の影響調査.....	63
3.2.1 供試材および実験方法.....	63
3.2.2 結果および考察.....	65
3.3 衝撃特性におよぼす一次焼結および冷間鍛造の影響調査.....	74
3.3.1 供試材および実験方法.....	74
3.3.2 結果および考察.....	75
3.4 機械的特性の調査結果まとめ.....	92
3.5 結言.....	93
参考文献.....	95
第 4 章 焼結冷間鍛造材の熱処理による金属組織改質と疲労強度向上.....	97
4.1 緒言.....	97
4.2 浸炭熱処理による焼結冷鍛材の機械的特性と金属組織変化.....	99
4.2.1 供試材および実験方法.....	99
4.2.2 結果および考察.....	103
4.3 改良浸炭熱処理による機械的特性と金属組織の変化.....	120
4.3.1 供試材および実験方法.....	120
4.3.2 結果および考察.....	122
4.4 結言.....	143
参考文献.....	144
第 5 章 焼結冷間鍛造材の高密度化 FEM 解析モデルの確立.....	146
5.1 緒言.....	146
5.2 供試材および実験方法.....	148
5.2.1 一次焼結体の圧縮試験.....	148

5.2.2 FEM 解析モデルおよび設定条件	149
5.3 試験片の圧縮試験結果	151
5.4 FEM 解析結果	155
5.4.1 多孔質体の二次元塑性変形解析	155
5.4.2 多孔質体の三次元塑性変形解析	159
5.5 結言	175
参考文献	176
第 6 章 結言	178
本研究の関連論文	183
謝 辞	184

第1章 序論

1.1 研究の背景

金属粉末の利用は紀元前 3000 年頃エジプトでの酸化鉄粉の還元から始まり，製造分野での本格的な粉末冶金技術の応用は 1800 年代に始まったとされている^{1,1)}。

Table 1.1-1 に世界の主な粉末冶金材料の開発変遷を示す。初期は精錬技術が未熟なため，融点まで上げなくても成形体の作製が可能な粉末冶金の長所が注目され，様々な金属が用いられていたが，徐々に成形体だけでなく実用製品にも利用されるようになった。1910 年代の白熱電球用タングステンフィラメントや 1930 年代の工具用超硬合金が有名である。1950 年代から粉末より作られる構造用部材は大部分が鉄系となり，自動車産業と共に大きな成長を遂げてきた。自動車は，人類の移動輸送手段として革新的な発明であり，また高い製造技術を有しながらもエネルギー資源に乏しい，わが国の発展に大きく寄与している。また，自動車には本来の目的や性能そして利用者の感性的要求等に応えることが求められている。それらは外観，視界視認性，居住性，

Table 1.1-1 History of development of powder metallurgy materials.

1800	1900	2000
Sintering of platinum		
1830 Sintering of Cu, Ag and Pb		
The late 1800s Bearing, brass, wood-metal		
	1910 W, Os, Ta, Zr, V, W-filament (incandescent lamp)	
	1930 Cobalt-chromium-tungsten alloy, bronze-bearing, Cu-graphite electric contacts, ferrite-magnet	
	1940 W-heavy metal , Fe alloy, heat-resisting metal and alloy (Nb, W, Mo, Zr, Ti, Re)	
	1950 Mechanical, automotive, atomic, aerial, electronic and magnet materials	

積載性，操作性，空力特性，動力性能，低燃費・低排出ガス，耐熱性能，制動性能，操縦安定性，乗り心地，振動・騒音，空調性能，信頼性・耐久性，整備性など多岐に渡る．特に車体構造について，強度・耐久性・車体剛性の確保は必須とされ，衝突安全性や振動騒音特性等を向上させつつ，高効率・軽量化を主体とした低燃費・環境負荷低減を推進することが重視されている^{1.2)}．

自動車は約3万点の部品で構成されており，用いられる素材も鋳鉄，普通鋼，特殊鋼，アルミニウム，その他非鉄金属(Mg, Ti, Cu, Zn 等)，樹脂(CFRP 含む)，ガラスなど多岐に渡る．その中でも，鉄系材料は軽量化のための削減や代替えが進んでいるとはいえ，自動車全体の約7割を占め，依然として主要材料である^{1.3)}．

鉄系材料の分類としては，溶製材である構造用鋼(炭素鋼，合金鋼(Cr系，Cr-Mo系，V系等)や，鉄系鋳物(普通鋳鉄，ダクタイル鋳鉄，チルド鋳鉄)，そして鉄系焼結材料(主にFe-C-Cu系)がある．特に焼結部品は，省資源，省エネルギー，工数削減，ニアネットシェイプ(最終形状に近いもの)および複雑形状部品の量産が可能など，トータルコストに優れている点が大きな特徴である．

粉末冶金製品の品目別生産量を Fig. 1.1-1 に示す^{1.4)}．図から，焼結機械部品，磁性材料および焼結含油軸受が生産量の殆どを占めることがわかる．

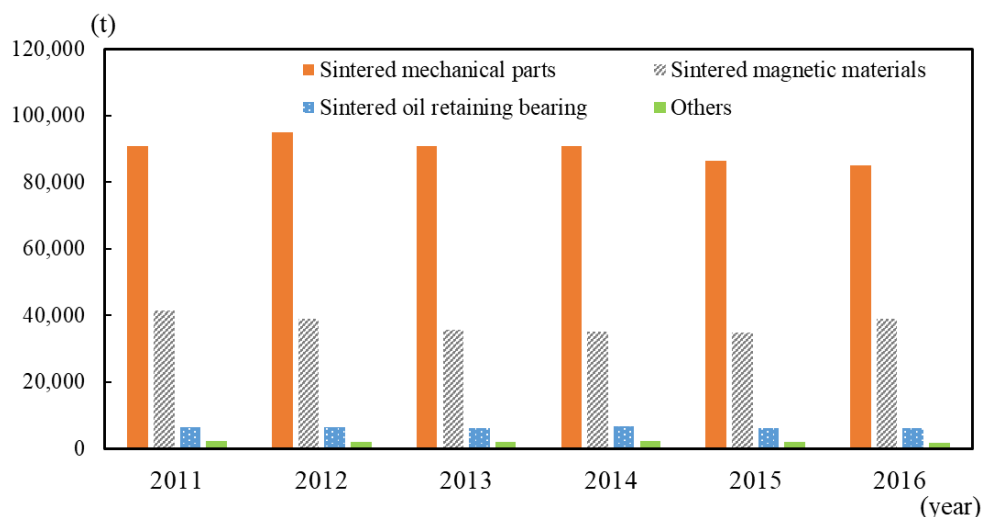


Fig. 1.1-1 Productions of powder metallurgy items.

図中，最も生産量が多い焼結機械部品は，2016年で85,040トンであり，焼結製品全体(132,195トン)の約65%を占めている。

Table 1.1-2 に焼結機械部品の需要業種別構成比の推移を示す^{1.4)}。図から，焼結機械部品の内，自動車向けが主体とみられる輸送機械用は94.5%(2016年)で，ここ数年微増傾向にある。また，自動車1台に搭載されている粉末冶金製品の重量は，2014年のデータ^{1.4)}で，日本は8.9kg，米国は20.3kg，欧州は9.5kgである。この差は，米国では大型車の比率が大きく，コネクティングロッド(コンロッド)，エンジンバルブシートおよびクランキングモーター用インナーフレームのような比較的重量のある部品が粉末冶金製法で作られているのに対し，日欧の自動車が小型軽量化傾向を強めているためと考えられている。

Fig. 1.1-2 に自動車部位別焼結機械部品の国内生産量構成比を示す^{1.4)}。図から，エンジン(52.2%)および駆動系(25.1%)が主要部位となっていることがわかり，焼結部品は自動車の省エネルギー性能や安全に直結するものといえる。今後，焼結部品には，さらなる高機能化，低燃費，低コスト化のため，高強度かつ高精度な複雑形状部品の量産が要求されていくと考えられる。よって，焼結部品に関連する粉末原料，素形材およびその関連プロセス技術の研究開発は重要であり，それらを基盤とした生産技術を早期に実用化していくことが期待されている。

Table 1.1-2 Ratios of demand to industries for sintered mechanical parts applications in Japan.

Demand industries	2011	2012	2013	2014	2015	2016
Transport equipment	91.3%	92.7%	93.0%	92.9%	94.1%	94.5%
Others	8.7%	7.3%	7.0%	7.1%	5.9%	5.5%
Total	100%	100%	100%	100%	100%	100%

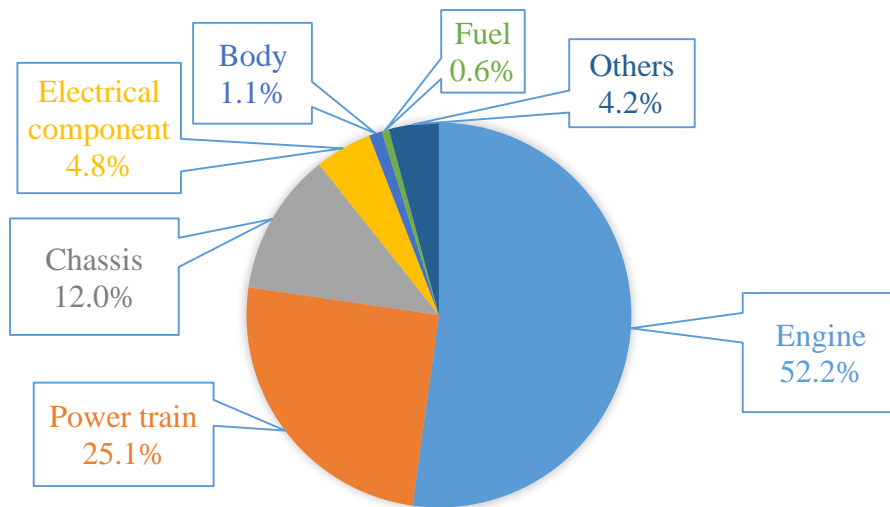


Fig. 1.1-2 Component ratio of powder metallurgy parts for automobile in Japan (2014).

1.2 鉄基焼結原料粉およびその高強度化法

焼結鉄粉には、スポンジ(還元)鉄粉、アトマイズ鉄粉、電解鉄粉、カルボニル鉄粉、機械的破碎鉄粉などがあるが、よく用いられているのはスポンジ鉄粉およびアトマイズ鉄粉である。スポンジ鉄粉の作製には炭素還元粉が主に使用されており、コークス中の炭素を使って鉄鉱石中の酸素を取り除くことで還元される。炭素還元粉は還元—破碎—分級—還元工程を経る。その結果、酸化物のあった部位が空隙になることで、多孔質の鉄粉となり非常に嵩張るため、かさ密度(見掛け密度)が低くなる。

アトマイズ鉄粉はアトマイズ(噴霧)法にて作製される。アトマイズ法は、溶解鉄に水又は気体を噴霧し、粒子状に微細化する手法で、水アトマイズ法とガスアトマイズ法がある。水アトマイズ法による粒子は、急冷のため形状が不規則となり、圧粉体成形の際に粉末同士のアンカー効果を発現するため、圧粉体での形状保持が可能である。この圧粉体は焼結炉までの運搬時取扱いが容易で、かつ原料粉も比較的lowコストのため、産業界では多く用いられている。ガスアトマイズ法は、水アトマイズ法と比べ冷却が遅く、粒子が球状化するためアンカー効果は低い。しかし、粉末圧縮時、粒子の再配列による高密度化に有効で、圧力容器内での圧粉体の冷間等方圧縮成形法(Cold Isostatic Pressing : CIP)や高温高压で成形と焼結を同時に行う熱間等方圧縮成形法(Hot Isostatic Pressing : HIP)、微粒子粉末原料に樹脂バインダーを配合した形状自由度の高い金属粉末射出成形(Metal Injection Molding : MIM)によく用いられている。

本研究では、微細粒子で高密度化に有利かつ圧粉体での形状保持が可能のため、量産工程での取扱いが容易な水アトマイズ鉄粉を用いている。

また、鉄基焼結材の高強度化法としての主な手法は、合金鋼粉の熱処理である。すなわち、焼結体の焼入れ、高周波焼入れ、浸炭焼入れ等一般的な熱処理やシンターハードニング(焼結と焼入れの同時又は連続処理)による金属組織の強化がある。次節から、鉄基焼結材の熱処理後の各種機械的特性に影響を及ぼす代表的な添加元素による高強度化手法について述べるものとする。

1.2.1 添加元素による金属組織強化手法

Table 1.2-1 に、JIS および鉄粉メーカーの資料から抜粋した代表的な構造部品用鉄粉一覧を示す^{1.5 - 1.7)}。構造鋼用鉄系材料では、炭素鋼に匹敵する強度を有する Fe-Cu-C 系が代表的かつ最も広く使われている。次いで、耐摩耗性と強度に優れた Fe-Ni 系および Fe-Ni-Cu 系、高強度かつ高靱性な Fe-Ni-Mo 系、より高強度かつ耐摩耗性に優れたプレアロイ Fe-Ni-Mo-Mn 系などが用いられている^{1.8)}。

近年は、純鉄粉、プレアロイ粉、部分拡散合金粉(純鉄粉表面に添加元素を拡散付着させたもの)に加え、ハイブリッド型合金粉(合金粉表面に添加元素を拡散付着させたもの)の開発が盛んである。

しかし、一般的な鉄粉向け添加元素：Cr, Ni, Cu, Mo, Ti, V, Nb, W などは、基本的に高価で原料粉単価を上げてしまうため、添加元素数および添加量は少ないことが望ましい。本研究では、純鉄系部分拡散合金粉の第 1 添加元素に Mo, 第 2 添加元素に C を用いた。焼結した時点でマトリックスを硬化させ変形能を低下させる Cr や Ni, 加熱による変形が大きく偏析や残留気孔の原因となる Cu, 析出物が破壊の起点となり多孔質体の高疲労強度化に不利な析出硬化系元素(Ti, V, Nb, W)などは、本研究で扱う焼結冷間鍛造での高密度化による高強度化, 強靱化および長寿命化にはあまり適していないと考え添加していない。

Mo は、Si と同様に A₃ 変態温度以上でフェライトを安定化する元素である。Mo を 1 mass% 添加した場合の鋼材の硬さ比較から、Mo は Cr の 90% の硬化能を持つことがわかっており^{1.9)}、少量で鋼材の焼入れ性を上げ、強度、破壊靱性、耐孔食性を向上させる。また、焼戻し抵抗向上のための M₆C, M₂₃C 炭化物を生成する。これらの利点は、少なくとも 1 mass% Mo を含むときに現れる^{1.10)}。よって、1 mass% Mo を添加した。

C は、オーステナイト(γ -Fe)域での加熱により金属組織中に拡散浸透し、焼入れによるマルテンサイト(α' -Fe)変態で、鉄を高強度化させる代表的な元素である^{1.11)}。JIS

Table 1.2-1 Classification of steel powders for mechanical parts (unit:mass%).

	JIS classified	JIS Z2550 (from Table 3 to Table 14)	KOBE Steel ^{1.5)}	Höganäs ^{1.6)}	JFE Steel ^{1.7)}
Pure iron	Fe-C	0.3~0.9C	-	-	-
	Fe-Cu, Fe-Cu-C	1.3~3Cu, ~0.3C 1.3~3Cu, 0.3~0.9C	2Cu,0.8C (Segregate prevention powder)	-	2Cu,0.8C
	Fe-P-C Fe-Cu-P, Fe-Cu-P-C	0.4~0.5P, 0.3~0.6C 1.5~2.5Cu -0.4~0.5P, ~0.3C 1.5~2.5Cu -0.4~0.5P, 0.3~0.6C	-	0.6P	-
	Fe-Ni(-Cu)	1.5~4.5Ni (0~2.5Cu), 0.3~0.9C	-	-	-
Diffusion	Fe-Ni-Cu-Mo	1.5~4.8Ni -1.3~1.7Cu -0.4~0.6Mo, 0.3~0.9C	4Ni-1.5Cu-0.5Mo 2Ni-1.5Cu-0.5Mo	1.75Ni-1.5Cu -0.5Mo	4Ni-1.5Cu -0.5Mo, 0.3~0.6C 2Ni-1Mo
Pre-alloy	Fe-Ni-Mo-Mn ,	0.45Ni-0.7Mo -0.35Mn, 1.8Ni-0.5Mo -0.2Mn, 0.4~0.7C	2Ni-0.5Mo 0.6Ni-0.5Mo 0.5Ni-0.5Mo 1.5Ni-1Mo 0.5Ni-1Mo 1.5Ni-1Mo-0.35Mn -0.25Cr, 0.5~0.8C	0.9Ni-0.9Mo -0.2Mn 1.5Mo 1.8Cr	1Cr-0.3Mo -0.3V
	Fe-Mo-Mn,	0.85Mo-0.2Mn, 0.4~0.7C			
	Fe-Cr-Mo-Mn	1.5Cr-0.2Mo-0.2Mn, 0.6~0.8C 3.0Cr-0.5Mo-0.2Mn, 0.4~0.6C	0.3Ni-0.3Cr-0.3Mo 1Cr-0.3Mo		
Hybrid (pre-alloy iron + diffusion element)	Fe-Ni-Mo-Mn -Cu(1)	1.55~4.4Ni -0.4~0.6Mo -0.05~0.3Mn -1.3~1.7Cu, 0.4~0.7C		0.5Mo -3Mn +0.5Mo +0.5Ni 1.4Mo +4Ni +2Cu	0.45Mo +1~2Cu 0.6Mo +0.2Mo
	Fe-Ni-Mo-Mn -Cu(2)	3.6~4.4%Ni -1.3~1.7%Mo -0.05~0.3%Mn -1.6~2.4%Cu, 0.4~0.6%C	-	1.47Mo +2Ni	0.45Mo +0.15Mo, 0.5C
	Fe-Ni-Mo-Mn	1.0~2.5%Ni -0.5~1.7%Mo -0.05~0.3%Mn, 0.4~0.9%C		1.47Mo +2Cu	0.6Mo +0.2Mo

※ All of carbon are additive graphite.

Z2550「焼結金属材料－仕様」に示されているように、通常 C は 0.3 mass%以上にしなないと焼入れしてもあまり強度が出ないため、純鉄粉の定義は 0.3 mass%未満の C と定められている。一方、1 mass%以上では Fe_3C 炭化物(セメンタイト)の過剰生成により、硬さが上がりすぎ伸びが少なく、機械加工に適さない。焼結部品を浸炭処理する場合、C が 0.35 mass%以内の低炭素鋼粉と呼ばれるものがよく用いられる。本研究では、成形時の優れた塑性変形能と熱処理後の高強度が両立可能な純鉄粉に 0.35 mass%相当の黒鉛を添加したものをを用いた。

以上から、本研究ではシンプルかつ安価で成形および焼結体としての塑性変形能に優れ、かつ鍛造後の熱処理により表面強化およびマトリックスの高強度化が可能な純鉄粉ベースの 1 mass%Mo – 0.35 mass%C 部分拡散合金粉を選択した。

1.2.2 その他高強度化手法

鉄鋼材料の熱処理による金属組織の強化については、多くの書籍で詳しく述べられているので省略し、焼結材ならではの高強度化手法について述べる。

(1) 高密度化

一般に焼結材の破壊には、素材内部および表面の気孔が大きく関与しているので、高密度化により高強度化や長寿命化といった機械的特性の向上が図れると考えられている。高密度化手法は高圧成形が主流である。その手法として、熱間成形、温間成形、冷間成形などによる1回成形1回焼結(1-press 1-sinter : 1P1S)法、仮焼結後に再圧縮し本焼結する2回成形2回焼結(2-press 2-sinter : 2P2S)法、粉末鍛造法(焼結鍛造法)、CIP、HIP、放電プラズマ焼結法(Spark Plasma Sintering : SPS)といった従来工法はよく知られている。また、原料粉用添加潤滑剤の改良、金型潤滑の採用、金型加振機構による粉末のタップ密度向上後の成形といった改善手法も上記工法に導入されている。ここで、2P2Sに含まれるサイジング(Sizing)、コイニング(Coining)は、粉末鍛造法の一つとしても定義されている^{1.12)}が、寸法および形状補正が主たる目的で、高強度化には殆ど影響しない。

(2) 金属組織の複合化

高融点から低融点まで様々な粉末原料を用いることができる焼結材は、溶製材では困難な全く異なる金属組織の複合化が可能である。古くから用いられている手法では、超硬合金の液相焼結が有名である。これは高硬度で靱性の低いWC粉に、それより融点が低く靱性を担うCo粉をバインダーとして加え、混合粉をCoの融点以上で液相焼結することにより固化させる技術である^{1.13)}。

また、鉄基圧粉体表面に銅を配置して、銅の融点以上の温度で焼結し、Fe中へのCuの固溶とFe表面の気孔を埋めて強化する銅溶浸^{1.14)}および類似技術のアルミ溶浸、蒸着や溶射による耐熱皮膜で高温側をセラミックス、低温側を金属とすることで熱変形による剥離を防ぐ傾斜機能材料などがある。

現在，自動車産業向け焼結部品の高強度化では，合金元素が既に固溶しているプレアロイ粉による「マトリックス強化」，純鉄粉表面へ添加元素を拡散付着させた部分拡散合金粉による「気孔周囲の強化」，その混合であるプレアロイ粉ベース部分拡散合金粉による複合強化^{1.15)} すなわちハイブリッド合金粉が主流である．最新の研究では，焼結ネック部とマトリックス部に強度－延性バランスの異なるマルテンサイト相で構成した複合組織材も開発されているが，今のところ溶製材(SCr420)の疲労強度に及ばないレベルにある^{1.16)}．

1.3 高強度焼結製品開発に向けた研究課題

本研究では、古くから高密度化による高強度化に有効と言われていながらも、製品の大規模かつ広範囲な量産までには発展していない「焼結鍛造技術」について追究している。厳密には、粉末鍛造は圧粉体の高密度化圧縮成形を指し、焼結鍛造は焼結体の高密度化圧縮成形を指す。焼結鍛造は粉末鍛造技術の一種とされ、通常は焼結体の熱間鍛造を指すことが多い。本節では、溶製材の鍛造やこれまでの研究開発による焼結材の熱間鍛造の特徴および課題について挙げ、続いて本研究のテーマである焼結冷間鍛造の現状および課題について述べる。

1.3.1 溶製材の熱間鍛造および冷間鍛造

溶製材および焼結材の熱間鍛造に関する共通課題は、高温処理であるため素材表面に異常層すなわち脱炭層や酸化物層(黒皮)が生じ^{1.17)}、大幅な後加工を要することである。これは鍛造から最終熱処理まで連続した真空ラインでない限り、除外のしようがなく、変寸と併せて焼結材の特徴であるネットシェイプの実現を阻害する一要因といえる。高温ゆえに金型の耐久性が低いことも課題である。また、溶製材の鍛造は原材料費が粉末原料の数分の一程度と安価であるが、一つ一つ製品に近い形状までの多段機械加工が必要となる。そのため、穴開け加工・切削加工等により廃棄する部位も非常に多くなる傾向にあり、素材の半分～9割を損失する場合や、変寸対策および荒れた表面の除去のための後加工と併せてコスト増大の要因となっている。その対策としては、金型用遮熱コーティング技術の開発、耐熱性・耐摩耗性の高い金型材料の開発、潤滑・制御鍛造による金型及び成形機への負荷低減などがある。また、CAE解析手法の高度化および高速化に関する研究^{1.18)}も行われている。だが、現状それらの技術は開発途上であり、高コストにもかかわらず、やむを得ず溶製材の鍛造および後加工で量産が行われているのが実情である。

国内の自動車用部品では、テーパや滑らかな曲面を用いて形状を工夫し、応力集中

部位の負荷を低減させながら、仕上がり表面は必要部位以外に黒皮が付着したままとした、歯車やコネクティングロッド(コンロッド)等の熱間鍛造による生産が主に行われている^{1.19, 1.20)}。鍛造では、精度が高く軽度の機械仕上げ加工で最終形状(ネットシェイプ)にできる、最終形状に近い形状すなわちニアネットシェイプを目的とした密閉鍛造が中心となっており、高温高圧での使用が原因の金型損耗が大きな問題となっている^{1.18)}。そのため、耐熱性の高い金型素材や遮熱コーティングの開発が強く望まれている。また、上記問題を有しない溶製材の冷間鍛造においても、耐久性の高い金型素材、耐摩耗コーティング、潤滑剤等の開発が望まれ、近年はサーボプレスを用いた多段階金型および負荷パターン制御による分流鍛造も有効とみられている。しかし、鍛造後の工程に時間がかかることから、インライン化のため鍛造自体はむしろ速度を下げる傾向にある。CAE解析による形状予測も現象を十分とらえられているが、解析に時間を要するため、ソフトウェア・ハードウェア両面から解析速度の高速化が望まれている^{1.18)}。

1.3.2 焼結材の熱間鍛造

本研究の重要技術となる粉末鍛造(焼結鍛造)法は、第二次世界大戦前の 1941 年頃、米国 GM 社が切削屑を利用し圧縮成形したプリフォームを焼結し、熱間鍛造したのが初といわれている^{1.13)}。それから米、仏により、焼結体の気孔を熱間で潰し、密度を 7.1 Mg/m^3 程度とするホットコイニング技術が開発され、日本でも日立粉末冶金や本田技研工業が同法を採用したが、経済的に切削法に大きく劣っていた。

その後、1967 年 GM 社による粉末鍛造コンロッドの開発報道をきっかけに、米国関連メーカーのみならず、スウェーデンの鉄粉メーカーであるヘガネス社や日本の神戸製鋼所が開発に参画し、英国の GKN 社(1980 年)、日本のトヨタ自動車(1981 年)、米国のフォード社(1987 年)がコンロッドに採用した^{1.13)}。しかしながら、経済性が課題となり、原料粉、成形法、焼結法等の様々な技術開発による改善が進められた。原料粉では、コンロッド開発と同時期にヘガネス社による圧縮性の良い部分拡散合金粉および黒鉛粉の偏析防止技術が開発され、粉末の流動性も確保されたことで、焼結体密度で 7.4 Mg/m^3 が実現された^{1.19)}。

近年の国内での焼結熱間鍛造実用化例では、2007 年に本田技研工業より焼結鍛造コンロッドが公表^{1.20)}されているが、同社ではこれをコンロッド専用技術とし、その他の部品へ展開していない。これは、コンロッドが重要部位以外は鍛造肌の荒れ、すなわち表面に黒皮がついたままでも許される品質基準であることや、溶製材と同様に熱間の密閉鍛造が中心のため金型の耐久性(摩耗)が非常に低いこと、金型の摩耗や粉体の凝着を低減する目的で高速に鍛造するため、次工程までの待ち時間が発生している、すなわちインライン化ができていない等の事情があるとされている^{1.18)}。トヨタ自動車でも焼結鍛造コンロッドの開発^{1.21)}が公表されているが、同様の問題で水平展開には至っていないと考えられる。

焼結鍛造に関する研究について代表的なものを挙げる。栗野らは、焼結熱間鍛造材の機械的性質に及ぼす鉄粉中の非金属介在物量と焼結鍛造条件との影響を検討し、衝

撃曲げ強さは鉄粉純度の影響を大きく受け、鍛造温度が高くなると増大することを示した^{1.22)}。

天野は、焼結炭素鋼の粉末鍛造に関して、開放型粉末鍛造の場合、塑性変形能から1000°C熱間鍛造よりも400°C以下の冷間又は温間鍛造がき裂を生じにくく、機械的特性に差がないこと、加工力は熱間鍛造の方が遙かに小さいので、完全密閉や半密閉型鍛造では熱間鍛造がよいことを示した^{1.23)}。

河野らは、4600系焼結熱間鍛造材の機械的性質に与える混合粉および合金粉の影響を検討し、真密度材料には合金粉の使用が最適だが、密度比97%程度の材料には両者の特性の差は殆ど認められないことや、Moは低合金鋼の特性改善に極めて有効な元素だが、混合法による添加では殆どその効果を期待できないことを示した^{1.24)}。

1.3.3 焼結材の冷間鍛造

焼結冷間鍛造に関する研究開発報告は、熱間と比べると限定的であるが、国内外の企業および大学等から研究論文や技術資料が公表されている。

Harry は、アトマイズ鉄粉はスポンジ鉄粉より高密度化し、0.06~0.41 mass%C では圧縮性に影響ないこと、C 量が増えると塑性変形に要する荷重も増え、プリフォーム密度が低いほど要求密度に必要な荷重は増加することを示している^{1.25)}。

中川および天野らは、焼結冷間鍛造における鉄基焼結体の高い塑性変形能を示し、冷鍛による強度向上および靱性低下は加工硬化によるもの、圧縮応力下の塑性変形では気孔がき裂発生に結びつかないこと、純鉄粉の焼結冷間鍛造材を 850°C, 60 min で焼鈍することで再結晶と再焼結が起きていることを示している^{1.26, 1.27)}。

早坂らは、Fe-Cu-B 系焼結体の密度を冷間鍛造で 7.65 Mg/m³ とし、浸炭熱処理した際、添加元素である B の及ぼす引張強さおよび衝撃値の変化について示している^{1.28)}。

平野らは、伸び率の高い Fe-Cu-Ni-B 系および Fe-Cu-Ni-Cr-C 系焼結体に冷間鍛造を行い、各種機械的特性の向上について示している^{1.29)}。

中村らは、焼結促進効果を狙い開発した Mo 系部分拡散合金粉を真密度まで冷間鍛造し、それを再焼結および浸炭焼入れした際の回転曲げ疲労強度向上効果について示している^{1.30 - 1.32)}。その中で、再焼結では体拡散より表面拡散が粒子結合の形成に支配的な役割を果たしている可能性が高いこと、浸炭焼入れした場合の再焼結の不要可能性があること、Mo 系合金粉では焼結ネックが疲れ強さを支配すること等、本研究に有用な成果が述べられている。

A. K. Jha, S. Kumar, G. Sutradhar らは、焼結鉄の冷間鍛造に関する研究において、アトマイズ鉄粉焼結材の自由鍛造における密度および変形特性について理論式および実験結果の一致性について述べている^{1.33, 1.34)}。

R. Chandramouli, T. K. Kandavel らは、冷間鍛造における塑性変形特性や高密度化特性の違いについて述べており、焼結炭素鋼, Mo-Cu 系低合金鋼, Ti 添加 Mo-Cu 系低

合金鋼の順に優れていることを示している^{1.35, 1.36)}。

A. Rajeshkannan, S. Narayan らは、Cu 系焼結鋼の冷間据込みにおける歪硬化挙動および 0.35%C 焼結鉄の冷間据込みにおける高密度化挙動について、試料アスペクト比を下げ、摩擦低減することで改善されることを示している^{1.37, 1.38)}。

これら研究により、焼結鋼の高密度化挙動、冷間鍛造時の塑性変形特性および機械的特性についての知見が得られる。

また、焼結冷間鍛造に関する既存特許では、代表的なものとして、

- 1) 表面に液状潤滑剤を塗布した冷間鍛造用プリフォームをダイス内で仮圧縮成形した後、プリフォームに真空ポンプ等を用いて負圧を作用させて潤滑剤を吸引除去し、ダイス内で本圧縮成形・再焼結することで、最終密度 7.52 Mg/m^3 の焼結冷間鍛造材を得る^{1.39)}。
- 2) 予備圧縮成形体密度を 7.3 Mg/m^3 とし、焼結後 $400\sim 800^\circ\text{C}$ 焼鈍しによる窒素含有量低減効果で圧縮性を改善し、閉塞鍛造又は密閉鍛造で塑性流動を誘起させ、最終密度を約 7.6 Mg/m^3 まで向上させる^{1.40)}。
- 3) 非酸化性雰囲気中で予備焼結し、焼結体密度 7.2 Mg/m^3 以上かつ高ラム速度 (2 m/s 以上)での高速密閉(又は閉塞)鍛造で密度約 7.8 Mg/m^3 とし、浸炭熱処理して高強度化する^{1.41)}。
- 4) 圧粉体密度 7.0 Mg/m^3 以上で焼結後、表面処理(塑性加工、溶融)による表面強化と共に潤滑剤の表面空孔への侵入を防ぐことで、冷間鍛造による表層の高密度化を図る^{1.42)}。

など、圧粉体密度および焼結条件で変形能を確保し、高荷重および高ひずみ速度で全体の高密度化を図る手法や、表面改質により表層域の高密度化を図る手法がある。これらは、密度のみの追究であったり、工程に関する公開情報が広範囲で曖昧であったり、冷間鍛造後の表面熱処理条件が一般的なものの一つのみであったりと、有効な工程条件を詳細に突き詰めているものがあまり見られない。

現在、焼結冷間鍛造工法により部材を高強度化および長寿命化する技術の確立は極めて難しいとされている。その理由として、

- 1) 焼結材は、表面および内部に通常は全体積の 10%以上の気孔を有し、溶製材と比較し低い負荷で脆性的な破壊を起こす傾向が強く、部材としての塑性変形能が低い。
- 2) 単に密度を上げようとし、密閉で高圧成形すると金型を容易に破損する上、原材料が粉体のため潤滑不足(かじり)が起こりやすい。
- 3) 通常、原料粉は金属粉だけでなく、黒鉛粉末や潤滑剤(ステアリン酸金属塩系、ワックス系、脂肪酸、オリゴマー、ポリマー系およびそれらの複合型など)が混入しているため、素材の密度比が 100%になることはない。また、添加元素の偏析や残留気孔の影響で熱処理をしても不均一な金属組織となりやすい。これは組織レベルで硬さや強度がばらつくことになり、品質管理の困難さにつながっている。

など、技術的にクリアすべき課題が多いためである。

また、先行研究および焼結鍛造向け原料粉の開発メーカーでも、焼結冷間鍛造材における高強度化および長寿命化に関連する破壊のメカニズムは未解明な点が多く、また焼結鍛造材の製造条件や熱処理についても深く掘り下げての調査ができていないと考えられる。本技術が複数の業界(焼結、鍛造、熱処理)の横断的融合技術である一方、焼結業界のシェア^{1.43)}は、従業員規模で 100 人未満の事業所が 12.5%、100~300 人の事業所が 39.0%、300 人以上の事業所が 48.5%と比較的大手のシェアが大きく、各業界の中小企業が連携して取り組むことが難しかったのが実情である。本研究では、中小規模の焼結企業、冷間鍛造企業、熱処理企業の連携体の協力を得て、焼結冷間鍛造工法による製品の量産化を見据えた研究開発を行った。そのため、本研究における各工程条件は実用的かつ経済的な視点で選択している。

1.4 本研究の目的

本研究では高価な添加元素の使用量が少なく，コストおよび性能(強度，塑性変形能，高密度化特性)共に比較的優れ，製品の量産に有効と見られる，水アトマイズ純鉄粉をベースとした Mo 系部分拡散合金粉を用いた．これにより，焼結冷間鍛造材の高機能化(高強度化，長寿命化，強靱化)のための各工程における有効条件を得ることを研究目的とした．そこで，Fig. 1.4-1 に示す圧粉体成形，一次焼結，冷間鍛造，最終熱処理の各工程において金属組織および機械的特性を向上させる条件を力学的特性や金属組織学的調査から見出し，それらの組合せにより最終的な各種機械的特性に優れた焼結冷間鍛造熱処理材の作製条件を明らかにした．特に本研究では，前記の先行研究や特許であまり触れられていない高密度化後の熱処理が疲労強度向上に及ぼす影響，すなわちその有効性を示すことに重点を置いた．

具体的には，圧粉体成形による一次高密度化，一次焼結における温度および時間条件の調整による金属組織および機械的特性の変化，冷間鍛造における高密度化特性や塑性変形能の変化，最終熱処理における浸炭焼入れ条件による金属組織および機械的特性変化を調査した．その中でも特に重要な熱処理材の疲労強度の向上を最終目的とし，各工程における必要条件を明らかにした．

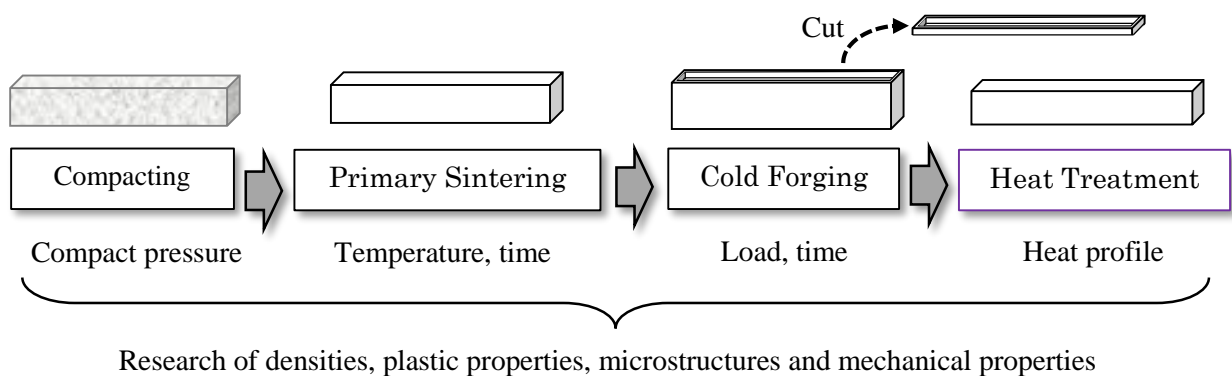


Fig. 1.4-1 Schematic flow of sinter-forging and heat treatment processes.

焼結冷間鍛造に限らず焼結材の機械的特性向上に関する研究では、これまで素材心部から試験片形状を切り出しての調査が主体であった。これは実際の製品にそぐわない。本研究では、焼結製品の特長であるニアネットシェイプの優位性を維持し、かつ適切な機械的特性の調査を行うためには、鍛造後そのまま、すなわち追加工が極力ない状態での表面であるべきと考えた。そのため、鍛造後の最終形状がほぼ JIS 準拠のシャルピー衝撃試験片(角棒)形状となるよう、圧粉体の初期高さを調整し、冷間鍛造後に最低限の二次加工として、角の面取りおよび上面の余肉除去を行って研究に供した。

また、本研究における密度変化は、機械的特性に大きな影響を及ぼす極めて重要な要素であるため、これまで困難と考えられていた焼結材の冷間鍛造の三次元 FEM 解析で塑性変形および密度変化を適切に推定する計算手法の確立を試みた。

1.5 本論文の構成

本論文は以下の 5 章から構成される。各章の関連を Fig. 1.5-1 に示す。

第 1 章では、粉末冶金の歴史から、一般機械部品および自動車部品に関連する焼結材の位置付けおよび生産動向、鉄基焼結材およびその高強度化手法、高強度焼結部品の開発に向けた研究課題、本研究の目的および論文の構成について述べている。

第 2 章では、焼結冷間鍛造用原料鉄粉として開発された Mo 系部分拡散合金粉を用いて、圧粉体成形から冷間鍛造までの工程が、金属組織、密度および塑性変形能に及ぼす影響について述べる。その中で素材密度、一次焼結条件(温度および時間)、鍛造荷重、塑性変形量などの相関から、高密度化特性および塑性変形能に優れた焼結冷間鍛造材を得るのに有効な工程条件を検討する。

第 3 章では、機械的特性(強度、靱性)に及ぼす焼結、冷間鍛造および一般的な熱処理における各工程条件の影響を明らかにする。そして、第 2 章の調査結果と併せて、最終目標である焼結冷間鍛造熱処理材の機械的特性向上が見込まれる、一次焼結および冷間鍛造の有効条件を検討する。

第 4 章では、前章までの調査で得た有効な一次焼結条件、冷間鍛造条件を用い、これに新たな浸炭熱処理法を組合せた素材の高疲労強度化を主目的とし、各種熱処理法が各種機械的特性および疲労強度に及ぼす影響評価を行う。これにより、素材の高密度化による高強度化および最終的に高疲労強度を実現できる、焼結冷間鍛造から浸炭熱処理まで全工程の有効条件を明らかにする。

第 5 章では、FEM 解析による焼結冷間鍛造部品の設計段階における密度推定を主目的とし、角形一次焼結試験片の冷間鍛造による塑性変形および高密度化の三次元 FEM 解析モデルによる再現可能性を調査する。具体的には、三次元多孔質体の FEM 塑性変形解析モデルに多項式近似法を導入した際の効果と、これまでの鍛造実験データとの比較(密度、荷重および形状)により、その妥当性を確認する。

最後に、第 6 章では本研究で得られた知見を総括する。

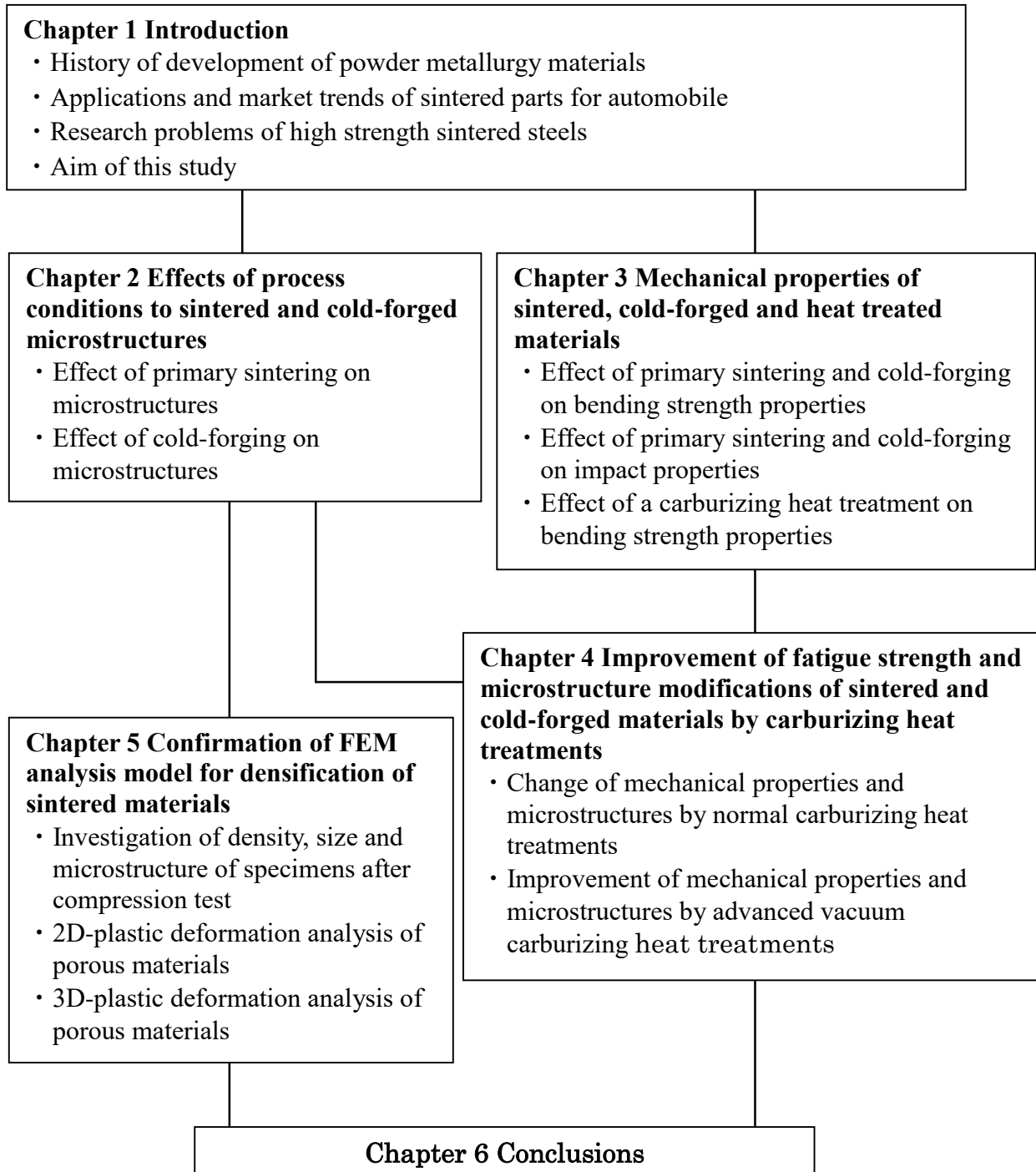


Fig. 1.5-1 Schematic flow of this study.

参考文献

- 1.1) 粉体粉末冶金協会：粉体粉末冶金便覧，内田老鶴圃，(2010) pp. 3-6.
- 1.2) 自動車技術会：自動車工学基礎講座テキスト，(2016) pp. 10-21.
- 1.3) 大宮良信，佐野豊和，箕浦忠行：自動車車体用材料の現状と動向，神戸製鋼技報，Vol. 57 (2007) pp. 2-7.
- 1.4) 素形材センター：素形材，Vol. 57 (2016) pp. 56-58.
- 1.5) 河合健治，関義和，高田稔，佐久間均，村上政博，河合信也：アトマイズ鉄粉の開発と発展，神戸製鋼技報，Vol. 50 (2000) pp. 36-40.
- 1.6) Höganäs: Material and powder properties, Höganäs Handbook for Sintered Components, (2017) pp. 105-106.
- 1.7) 前谷敏夫，太田純一，藤長政志：JFE スチールの鉄粉製品概要，JFE 技報，Vol. 36 (2015) pp. 45-50.
- 1.8) 粉体粉末冶金協会：粉体粉末冶金便覧，内田老鶴圃，(2010) pp. 236-238.
- 1.9) 山本工具研究社：標準顕微鏡組織 第3類（構造用鋼・特殊用途鋼編），(2001) p. 41.
- 1.10) 日本特許公開公報，特開 2015-232175，粉末冶金による鉄合金製品の製造方法，(2015).
- 1.11) 藤木榮：金属材料の組織変化と疲労強度の見方，日刊工業新聞社，(2004) pp. 30-32.
- 1.12) 日本粉末冶金工業会：PM GUIDE BOOK 2004 焼結部品概要 -PM Parts-，(2004) p. 57.
- 1.13) 木村尚：粉末冶金 その発展と歴史，アグネ技術センター，(1999) pp. 14-15.
- 1.14) 林忠夫，大島聡範，桑原克典：銅を溶浸した焼結鋼の機械的性質に及ぼす基材密度と熱処理の影響，苫小牧工業高等専門学校紀要，Vol. 43 (2008) pp. 12-16.
- 1.15) 粉体粉末冶金協会：新粉末冶金入門講座テキスト，(2016) pp. 37-39.

- 1.16) 松本伸彦, 三宅賢武, 近藤幹夫, 安藤公彦: 高密度焼結鋼の疲労強度に及ぼすミクロ組織の影響, 粉体および粉末冶金, Vol. 57 (2010) pp. 409-413.
- 1.17) K. Kazuhiko, A. Kazuhito, T. Motoki: Experimental analysis on behaviour of adhesive scale in hot die forging to improve surface quality of automobile parts, Tribology Online, Vol. 9 (2014) pp. 80-85.
- 1.18) 日本塑性加工学会鍛造分科会: 高付加価値を実現する鍛造技術, 日本塑性加工学会鍛造分科会 第42回鍛造実務講座テキスト, (2015) pp. 1-62.
- 1.19) 木村尚: 粉末冶金 その歴史と発展, アグネ技術センター, (1999) pp. 52-58.
- 1.20) 高田健太郎, 木暮亮介, 小林輝夫: 高疲労強度焼結鍛造コネクティングロッドの研究, Honda R&D Technical Review, Vol. 19 (2007) pp.129-137.
- 1.21) 石原貞男: コネクティングロッドの高強度化ー焼結鍛造・熱間鍛造の住み分け, 粉体および粉末冶金, Vol. 46 (1999) pp. 505-509.
- 1.22) 栗野洋司, 木村尚: 焼結鍛造材の機械的性質に及ぼす鉄粉の影響, 粉体および粉末冶金, Vol. 20 (1973) pp. 37-42.
- 1.23) 天野富男: 炭素鋼の粉末鍛造における鍛造温度の影響, 生産研究, Vol. 30 (1978) pp. 57-60.
- 1.24) 河野通, 小原邦夫: 4600系焼結鍛造材の機械的性質に与える出発原料-混合粉と合金粉-の影響, 粉体および粉末冶金, Vol. 26 (1979) pp. 27-33.
- 1.25) H. W. Antes: Cold forging iron and steel powder preforms, Modern Developments in Powder Metallurgy, Vol. 4 (1971) pp. 415-424.
- 1.26) 中川威雄, 天野富男: 純鉄粉の焼結冷鍛, 塑性と加工, Vol. 17 (1976) pp. 53-60.
- 1.27) 天野富男, 中川威雄, 小原邦夫, 西野良夫: 純鉄および低合金鋼焼結体の冷間鍛造性, 塑性と加工, Vol. 18 (1977) pp. 276-283.
- 1.28) 早坂忠郎, 浅香一夫, 小沢茂: Fe-Cu-B系焼結材料(II)Fe-Cu-B系焼結材料の機械的性質と冷間鍛造性, 粉体および粉末冶金, Vol. 31 (1984) pp. 196-201.

- 1.29) 平野嘉男：焼結鍛造について，鍛造技報，Vol. 15 (1990) pp. 54-63.
- 1.30) 中村尚道，藤長政志，小泉晋，安間裕之：真密度に近い焼結部材を製造可能とする焼結冷間鍛造工法，まてりあ，Vol. 52 (2013) pp. 80-82.
- 1.31) 中村尚道，藤長政志，上ノ菌聡，小泉晋，安間裕之，吉村隆志：冷間鍛造された緻密な焼結材料の機械特性，材料とプロセス，Vol. 17 (2004) pp. 1079.
- 1.32) 中村尚道，上ノ菌聡，藤長政志，小泉晋，安間裕之，吉村隆志：Sintering and cold-forging process for high density sintered materials，JFE 技報，No. 7 (2005) pp. 19-23.
- 1.33) A. K. Jha, S. Kumar: Compatibility of sintered materials during cold forging, International Journal of Materials & Product Technology, Vol. 9 (1994) pp. 281-299.
- 1.34) G. Sutradhar, A. K. Jha, S. Kumar: Cold forging of sintered iron-powder preforms, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 51 (1995) pp. 369-386.
- 1.35) R. Chandramouli, T. K. Kandavel, D. Shanmugasundaram, T. Ashok Kumar: Deformation, densification, and corrosion studies of sintered powder metallurgy plain carbon steel preforms, Materials & Design, Vol. 28 (2007) pp. 2260-2264.
- 1.36) T. K. Kandavel, R. Chandramouli, D. Shanmugasundaram: Experimental study of the plastic deformation and densification behaviour of some sintered low alloy P/M steels, Materials & Design, Vol. 30 (2009) pp. 1768-1776.
- 1.37) A. Rajeshkannan, S. Narayan: Strain hardening behaviour in sintered Fe-0.8%C-1.0%Si-0.8%Cu powder metallurgy preform during cold upsetting, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture, Vol. 223 (2009) pp. 1567-1574.
- 1.38) S. Narayan, A. Rajeshkannan: Densification behaviour in forming of sintered iron-0.35% carbon powder metallurgy preform during cold upsetting, Materials and Design, Vol. 32 (2011) pp. 1006-1013.

- 1.39) 日本特許公開公報，特開平 1-123005，焼結冷間鍛造方法，(1989).
- 1.40) 特許第 3741654 号，高密度鉄基鍛造部品の製造方法，(2005).
- 1.41) 特許第 4640134 号，高強度高密度鉄基焼結体の製造方法，(2010).
- 1.42) 特許第 6087042 号，焼結部材の製造方法，(2017).
- 1.43) 素形材センター：素形材年鑑，(2016) p. 169.

第2章 焼結冷間鍛造材の金属組織に及ぼす諸条件の影響

2.1 緒言

一般機械および輸送機器用部品として使用実績のある焼結鋼には、溶製鋼と同様に機械的特性を向上させる目的で合金元素が添加されており、焼結および最終熱処理で効果を発揮する固溶強化元素として Mn, Cr, Ni, Mo, Cu などが、析出強化元素として V, Ti, Nb, W などが添加されている。この内、焼結冷間鍛造に適する条件とは、基材が鍛造の際必要な塑性変形能を有し、高密度化可能で、鍛造後の最終熱処理で強化されることであり、最初の焼結で金属組織を硬化させる元素を添加しないことが望ましい。よって、焼入れ性を向上させマトリックスの硬化を促進する Cr^{2.1)}、硬化に加え膨張し変寸の大きい Cu^{2.2)}、マトリックスの緻密化を阻害し硬化を促進する Ni^{2.2)} および塑性変形能を低下させる析出強化元素全般は選択し難い。そのため、純鉄に近い塑性変形能を有し、焼結における拡散促進および熱処理により焼入れ性を向上させる元素である Mo^{2.1)}と低炭素を添加した純鉄粉がシンプルで原料粉コストを抑えることもでき、焼結冷間鍛造に適しているといえる。焼結冷間鍛造に関する研究事例はいくらか報告されている^{2.3-2.12)}が、そのメカニズムや最適な工程条件について詳細に言及しているものも見られない。

本研究では、焼結冷間鍛造材が最終熱処理後に優れた機械的特性を得るための最適条件を見いだすことを目的とした。第1章で挙げた先行研究では、その殆どが鍛造材の心部から試験片を切出し、機械的特性を調査している。しかしながら、本研究では実際の製品を見据えニアネットシェイプ(最終形状に近いもの)であることを重視し、成形、焼結、鍛造の各工程の影響が含まれる表層を残したまま調査することとした。

第2章では、水アトマイズ法による純鉄粉ベースの Mo 系部分拡散合金粉^{2.9 - 2.12)}を用い、金属組織や基本物性(密度、硬さ、塑性変形能など)に及ぼす成形工程、一次焼結工程および冷間鍛造工程の各影響を明らかにした。

2.2 金属組織に及ぼす一次焼結条件の影響評価

2.2.1 供試材および実験方法

2.2.1.1 原料粉およびその特性

本研究で用いた Mo 系部分拡散合金粉の化学成分および粒径分布を、Table 2.2-1 および Table 2.2-2 にそれぞれ示す。これは、偏析防止鉄粉^{2,13)}とも呼ばれるもので、1.0 mass% Mo を表面に拡散付着させた水アトマイズ純鉄粉(JIP SGM10MO-CMX, JFE スチール製)に黒鉛 (平均粒径 4 μm , 日本黒鉛工業製) を 0.35 mass% 添加し、気孔の原因となるワックス系潤滑剤を 0.5 mass% と比較的少量の添加としている。よって鉄粉は 100%真密度の場合、 7.874 Mg/m^3 となる。Harry^{2,3)}によると、アトマイズ純鉄粉の場合、0.06~0.41 mass% C が優れた塑性変形能を得られる範囲であり、かつ熱処理で高強度が得られる量である。また、粒径分布から主に 45 μm 以下と 75~150 μm の範囲に粒子が多く存在することがわかる。そのため、大径粒子同士の隙間に小径粒子が配置されやすく、圧縮による高密度化特性に優れているのが特徴である。

Fig. 2.2-1 に本研究で用いた純鉄粉ベース Mo 系部分拡散合金粉の模式図と、電子顕微鏡像および元素マッピング像を示す。図(b)に示すように、表面に Mo および C 粒子が付着していることがわかる。水アトマイズ鉄粉は噴霧後の急冷により球状化できずにこのような不規則な形状となり、圧粉体成形の際アンカー効果を発現し崩れにくく取扱いが容易であることが特徴である。なお、C が広範囲に多量に検出されている

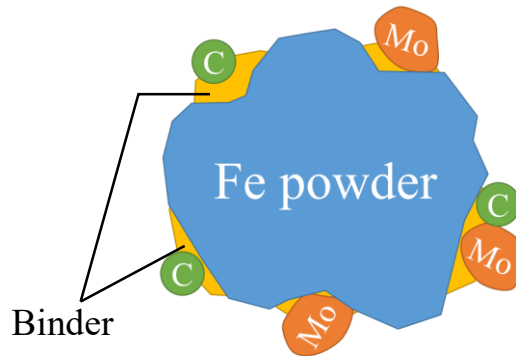
Table 2.2-1 Chemical composition of iron powder [mass%]. (Lubricant: 0.5 mass%)

Element	C	Si	Mn	P	S	Mo	O	Additional graphite
	0.02	0.01	0.15	0.09	0.006	0.99	0.115	0.35

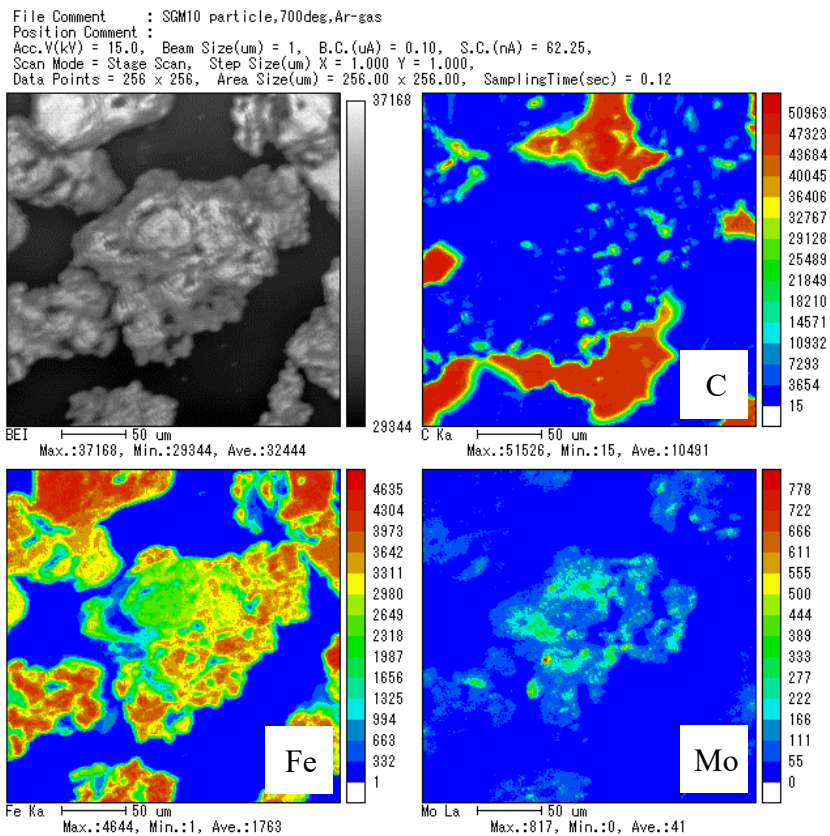
Table 2.2-2 Particle size distribution of iron powder.

Particle size [μm]	over 180	150 \leq <180	106 \leq <150	75 \leq <106	63 \leq <75	45 \leq <63	below 45	Total
Ratio [%]	0.1	7.4	18.0	24.7	7.3	20.2	22.3	100

部位は鉄粉を固定したカーボンテープの影響である。以上から、本研究に用いる原料粉は、表面に Mo および C が付着している純鉄粉であるため、成形時は塑性変形能に優れ、熱処理で合金化し焼入れ性に優れることがわかる。



(a) Schematic image of adherent elements.



(b) Back-scattered electron image and element mapping images.

Fig. 2.2-1 Mo diffusion alloyed steel powder.

2.2.1.2 試験片作製工程および調査方法

Fig. 2.2-2 に試験片の作製工程を示す．本研究での基本工程は，粉末圧縮成形，一次焼結，後方押し出し式冷間鍛造，最終熱処理だが，図に示すように，本章では冷間鍛造までの調査とした．

まず，Fig. 2.2-3 のとおり成形圧 370～980 MPa にてフローティングダイ法で圧粉体を作製した．図(b)より，上パンチ圧下時に潰れる圧粉体はダイ側面に押しつけられ，その摩擦力により共に下降するが，定数設定したバネの反力を受けて下降量の調節がなされ，意図した両押し状態になる．よって，上下面が密で中央に粗の部分すなわちニュートラルゾーンがつくれ，密度バランスの良い圧粉体となる．

Fig. 2.2-4 に成形圧と圧粉体密度の関係を示す．横軸はパンチ荷重を断面積で割ったもので，縦軸は水浸法(アルキメデス法)で測定した平均密度である．図のとおり，両者の関係は対数式で近似できることがわかり，Kalathur による研究^{2,14)}に示されている成形圧と圧粉体密度の関係に近いことがわかる．本研究では，最終形状がシャルピー衝撃試験片として寸法が幅 10 mm × 長さ 55 mm で高さ約 10 mm となるよう鉄粉重量を 47.1 ± 0.2 g とし，高さを調整して狙いの密度とした．一次焼結 (Primary Sintering : PS) は，真空度 30 Pa 以下の真空炉を用い，焼結温度 800～1120℃，保持時間 20 min 又は 60 min で行い，炉内で冷却速度約 1℃/min にて自然冷却した．これら焼結条件で，

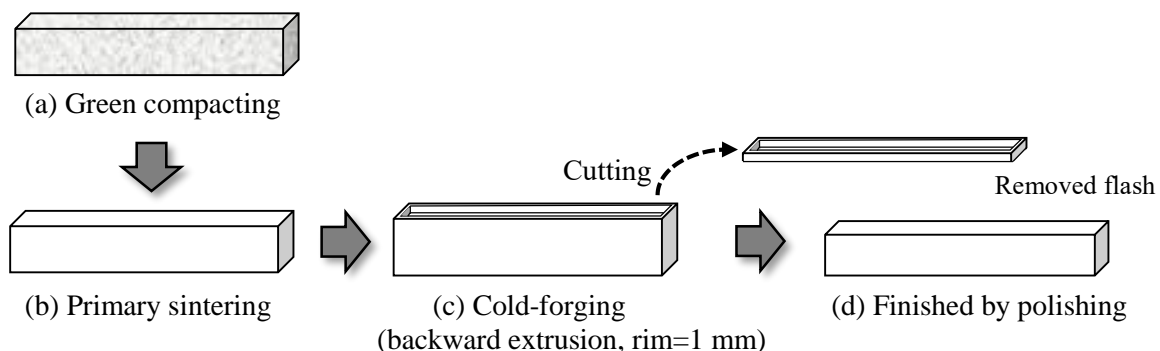


Fig. 2.2-2 Schematic of fabrication process of specimen at chapter 2.

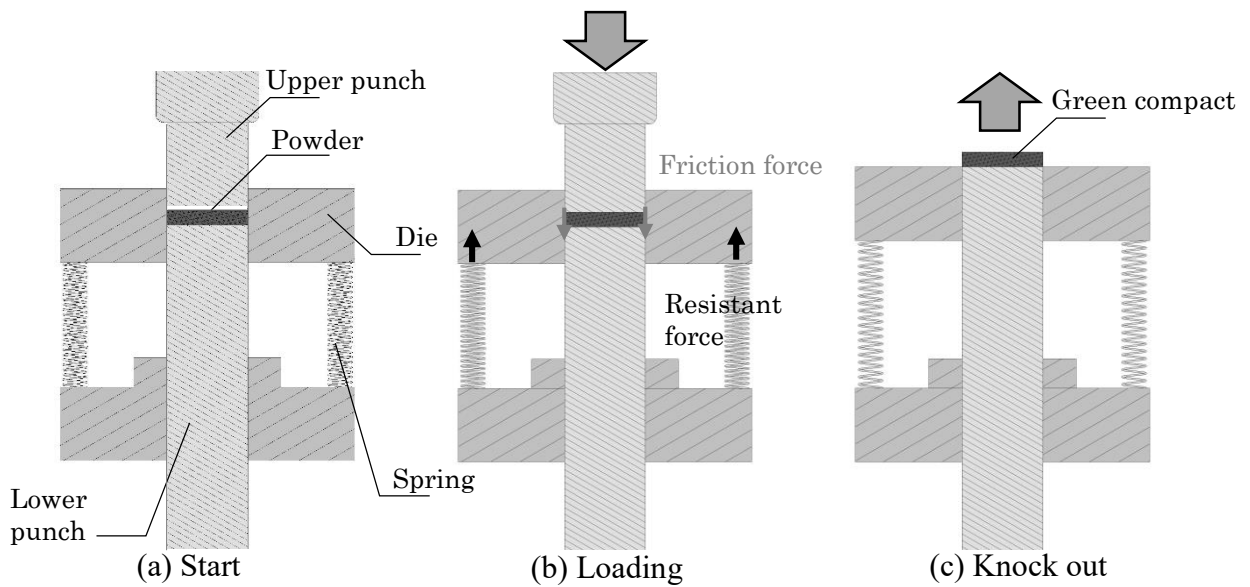


Fig. 2.2-3 Schematic of compacting.

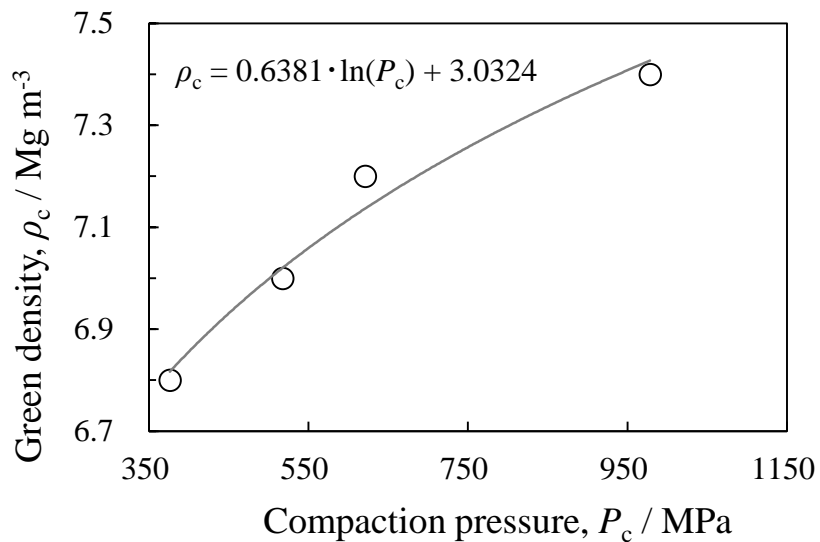


Fig. 2.2-4 Relationship of green density and compaction pressure.

圧粉体密度(ρ_c)と焼結体密度に差異がないことを確認し、一次焼結体密度(ρ_{ps})を 6.8～7.4 Mg/m^3 とした。各工程後の試験片に対して、密度測定、硬さ測定、表面およびミクロ組織観察を行い、それらの推移を調査した。各工程における試験片の平均密度は、

水浸法(アルキメデス法)で試料全体の密度を測定した。硬さ測定には、ロックウェル硬さ試験機 (A スケール) およびマイクロビッカース硬さ試験機 (負荷荷重 0.2 kgf, 負荷時間 5 s) を用いた。マイクロ組織観察は、試験片の断面に対して機械研磨 (#240 および #800 エメリー紙, 9 μm および 3 μm ダイヤモンド研磨および 0.1 μm アルミナバフ研磨) を行い, そのまま又は 3%ナイトール (nitric acid and alcohol: nital) でエッチングし, 光学顕微鏡 (Optical Microscope: OM) で観察した。表層域マイクロ断面を確認する際は, 最終仕上げでイオン研磨 (Ar イオンミリング) を施し, 走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM) で観察した。元素分析には炭素硫黄分析装置 (Carbon/Sulfur analyzer: CS) および電子線マイクロアナライザー (Electron Probe Micro Analyzer: EPMA) を用いた。得られた結果を総合し, 素材の特性を明らかにした。

2.2.2 結果および考察

2.2.2.1 一次焼結体の金属組織および元素分布

一次焼結(PS)条件別に焼結状態を確認するため、圧縮成形の際にパンチと接触せず金型の面転写性が良く、塑性変形や発熱の影響の少ない試験片側面を SEM で観察した。

Fig. 2.2-5 に PS 時間 20 min における、密度および焼結温度別の一次焼結体表面ミクロ観察結果を示す。図に示すとおり、平均密度(ρ_{PS})が 6.8 Mg/m^3 , 7.2 Mg/m^3 , 7.4 Mg/m^3 , PS 温度を 800°C , 900°C , 1000°C , 1120°C としたとき、密度に関係なく焼結温度 1000°C 以上で粒界が明確になっていることがわかる。

Fig. 2.2-6 に圧粉体の表層域断面の焼結状態を表す概略図を示す。図(a)が Fig. 2.2-5 に示した SEM 像の PS 温度 800°C および 900°C で平滑な圧縮成形面がそのまま残っている状態で、昇温により図(b), (c)の状態へと進むことで粒界の溝が生成され、SEM 像で観察されるようになると考えられる。よって、これは製造現場で

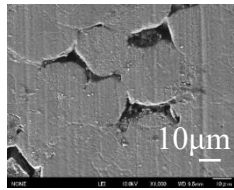
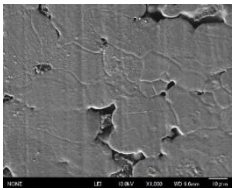
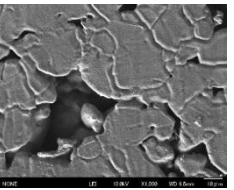
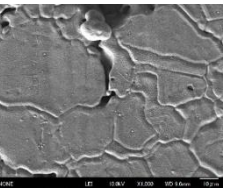
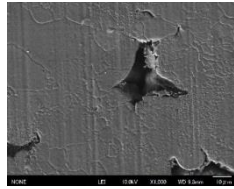
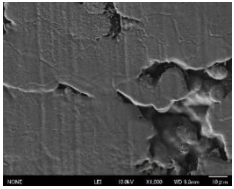
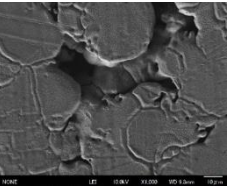
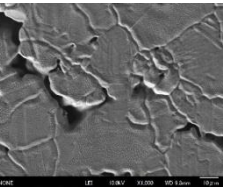
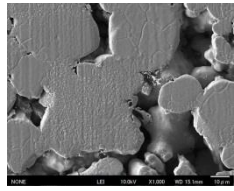
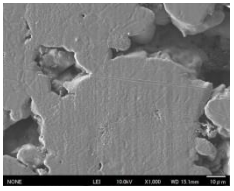
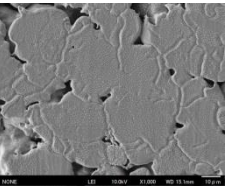
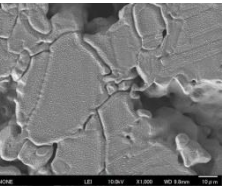
Compact pressure (Density)	Temperature [$^\circ\text{C}$]			
	800	900	1000	1120
980 MPa (7.4 Mg/m^3)				
620 MPa (7.2 Mg/m^3)				
370 MPa (6.8 Mg/m^3)				

Fig. 2.2-5 SEM images of side surfaces of PS specimens (PS time: 20 min).

経験的に認識されている「焼結不良品の表面には光沢があり，良品の表面がくすんで見える」という判断指標を裏付けるものである．すなわち，焼結体表面の拡散が十分に起きているかどうかを，表面での粒界を明確に示す溝の有無から判別できることがわかる．

Fig. 2.2-7(a)(b)に一次焼結体の心部金属組織を3%ナイトール液でエッチングし，同位置を観察したOM像およびSEM像を示す．図(a)で白色の比較的大きい結晶粒は腐食されているフェライトで，白色と灰色の層状組織がパーライトである．すなわち図(b)で縞状に白く浮き出て見える部位がセメントナイトである．よって，一次焼結体の金属組織はフェライトおよびパーライトから構成されることがわかる．

Fig. 2.2-8 に，PS 温度ごとの $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ 一次焼結体断面心部の金属組織観察結果を示す．図より，一次焼結温度が高くなって焼結が進むにつれ，フェライト(白色)が減り，パーライト(灰色)が増えていくことがわかる．この傾向は，密度が異

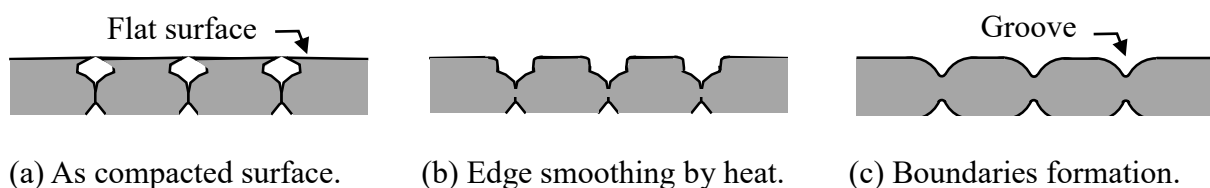


Fig. 2.2-6 Schematic of particle boundaries formation by sintering.

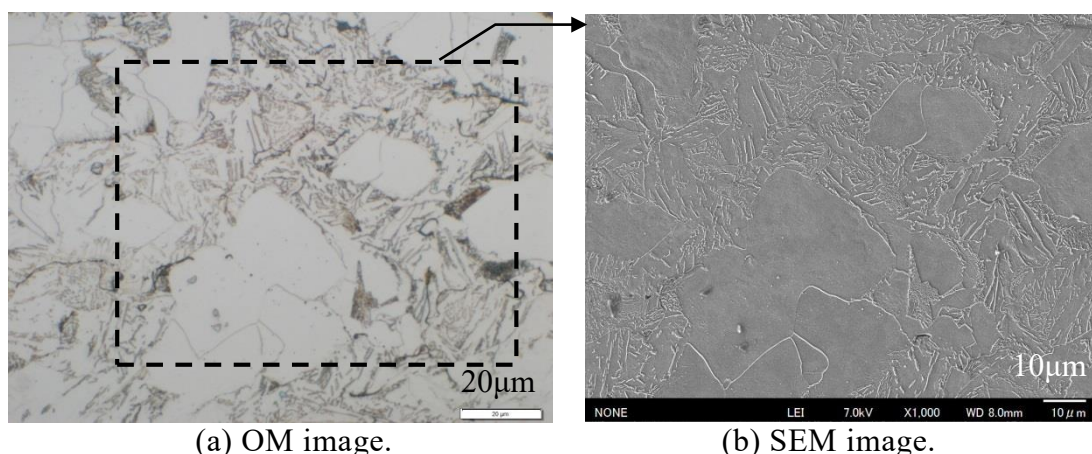


Fig. 2.2-7 OM and SEM images of core area of PS specimen ($\rho_{PS}: 7.4 \text{ Mg/m}^3$, PS conditions: 1075°C , 20 min).

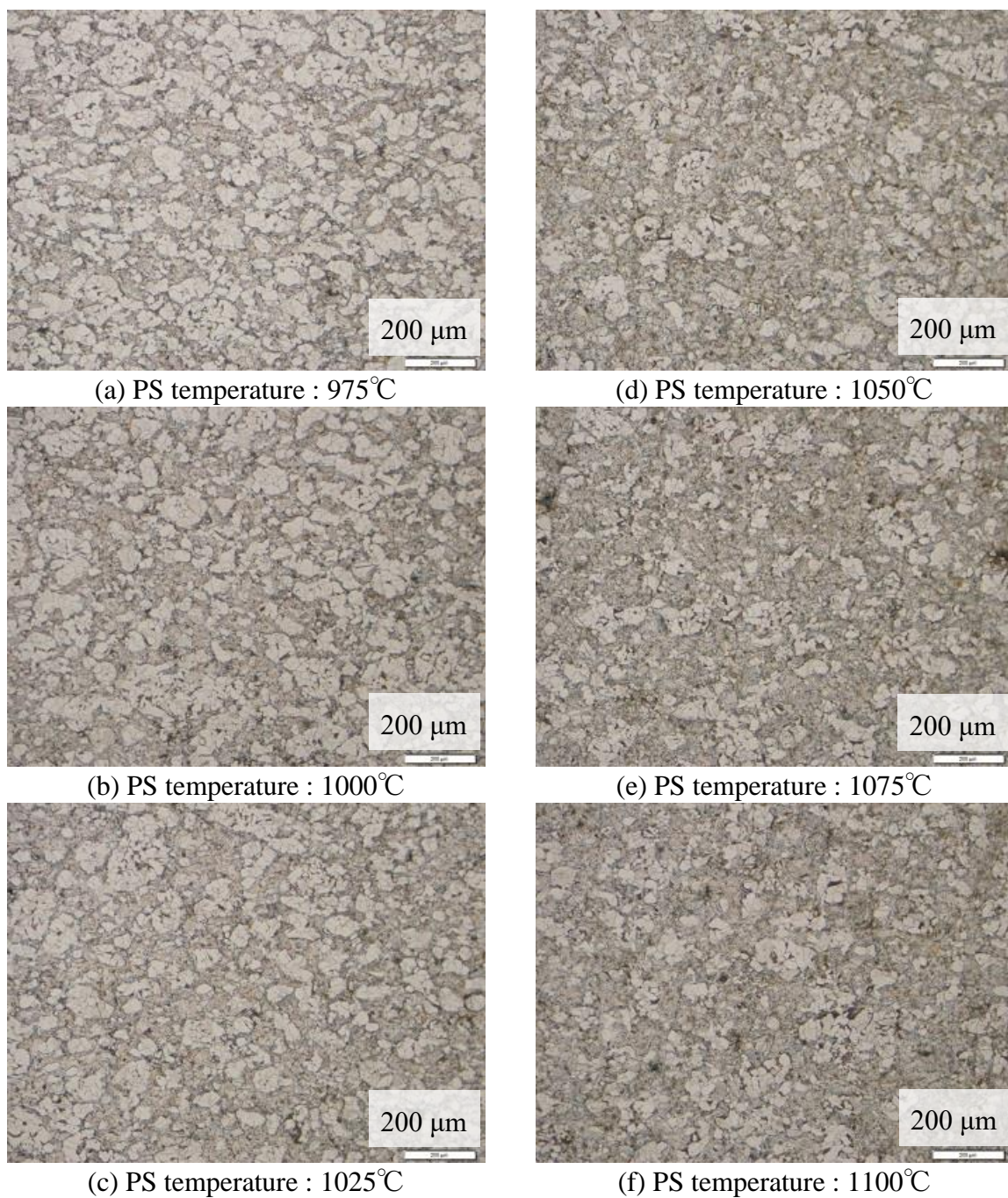
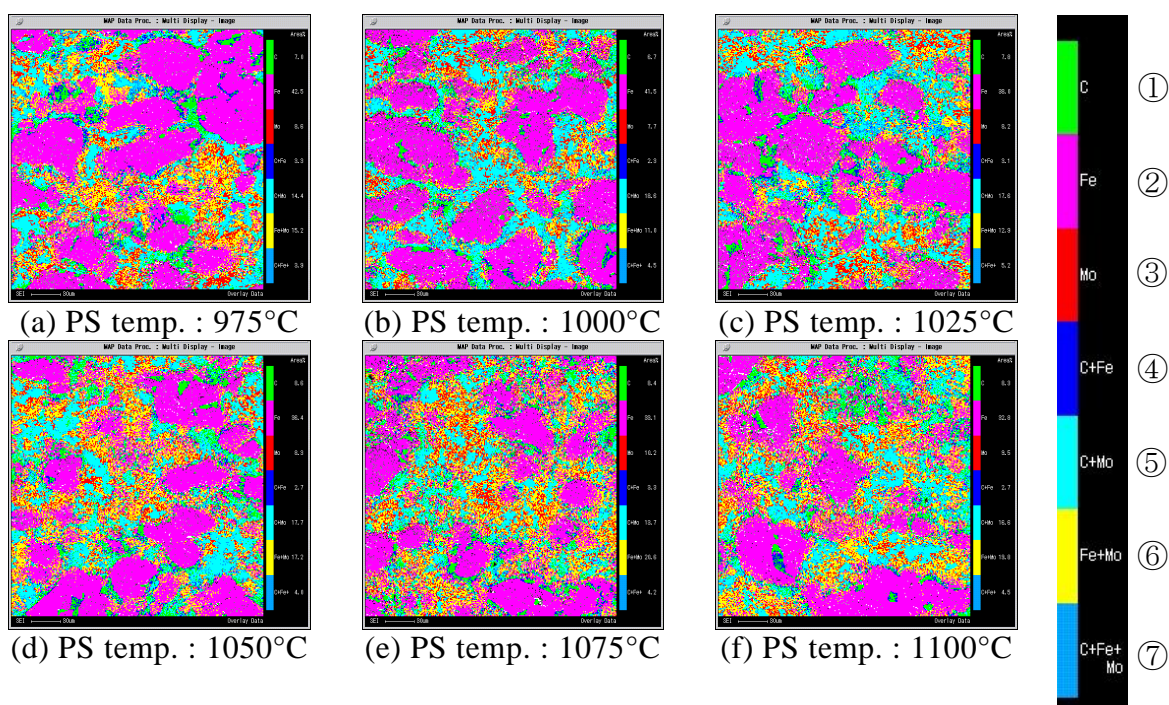


Fig. 2.2-8 OM images of core areas (ρ_{PS} 7.4 Mg/m³, PS time: 20 min).

なっても同様である。

前述の金属組織の比率を数値化するため、Fig. 2.2-9 に EPMA による一次焼結体断面心部の Fe, Mo, C 面分析結果を示す。検出元素を示す各色には①～⑦の No. をつけた。図より、PS 温度が上がるにつれて純フェライト粒である②Fe(桃色)の領



Analysis conditions: Accelerating voltage: 15 kV, Irradiation current: 0.2 μ A,
Beam size: 1 μ m, Sampling time: 25 ms, Resolution: 256 x 256.

Fig. 2.2-9 Element mapping images of core areas (ρ_{PS} :7.4 Mg/m³, PS time: 20 min).

域が減少し、Fe 粒の周辺に①C(緑色)、③Mo(赤色)、④C+Fe(紺色)、⑤C+Mo(水色)、⑥Fe+Mo(黄色)、⑦C+Fe+Mo(青色)の領域が分布していることがわかる。Fig. 2.2-9 から、PS 温度に対する各組織の面積率を算出したものを Fig. 2.2-10 に示す。ここで、C および Mo は重複しているので、合計が 100%にならない。図より、PS 温度が上がるにつれ Mo 系の組織(③+⑤+⑥+⑦)が増加し、③Fe が減少していることがわかる。よって、Fe 粒表面の Mo が拡散した合金組織が増加していると考えられる。また、EPMA により、残留グラファイトの偏析部(①)を明確に検出できたが、同時に拡散状態の変化までは示せなかった。②Fe の面積の減少は、Fig. 2.2-8 に示したフェライト組織と同じ傾向といえる。

よって、PS 時間一定の場合、PS 温度が高くなるほど各元素の拡散が進み、金属組織はフェライトが減少し、パーライトが増加し、Mo の合金化も進むため、素材強度が増加し塑性変形能が減少していくと予想される。また、Fig. 2.2-9 で認められた③Mo の集中している部位(赤色)を SEM で拡大観察すると、Fig. 2.2-11 に示す

像中心部の白色粒すなわち未拡散の残留 Mo 粒子が確認できる。よって、実用的な一次焼結条件では Fe 中への Mo の固溶がしきれていないと考えられる。

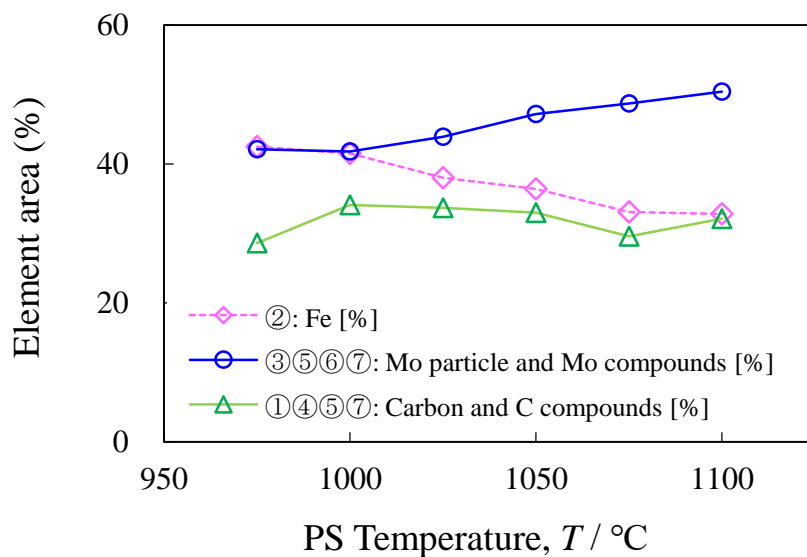


Fig. 2.2-10 Element areas of Fe, Mo and C obtained from mapping images shown in Fig. 2.2-9.

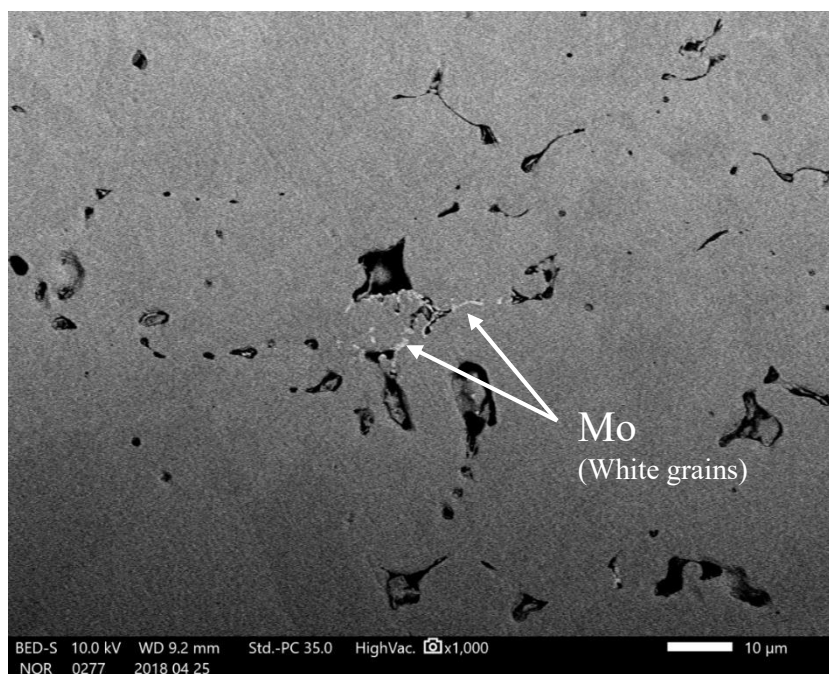


Fig. 2.2-11 SEM image of segregated Mo in Fe matrix ($\rho_{\text{PS}}: 7.4\text{Mg/m}^3$, PS conditions: 1050°C , 20 min).

2.2.2.2 一次焼結体の硬さ評価

Table 2.2-3 に $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$, PS 時間 20 min の一次焼結体の炭素定量分析および断面心部の硬さ測定結果を示す. 硬さは, マクロ平均硬さであるロックウェル硬さ (HRA) と, 不均一なマイクロ組織を局所で評価できるマイクロビッカース硬さ (HV) をそれぞれ示した. 炭素の定量値は 3 点平均値で, 硬さは 5 点~7 点の平均値としている. 無作為に得た硬さの絶対値で焼結の良否を判断するのは困難であるため, 本研究では気孔の影響と考えられる極端に低い値を除外して, 硬さ平均値の安定化を図った.

表の測定結果から, フェライト系およびパーライト系金属組織の硬さ (HV) は, 低炭素鋼程度で安定していることがわかる. また, PS 温度が上がるにつれ, C が減少すなわち脱炭していることもわかる. これは, 温度上昇により原料粉内の溶存酸素および酸化物の還元量が増え, 含有潤滑剤の炭素だけでなく, グラファイトまでも消費したと考えられる. すなわち, 真空焼結でも焼結粉表面の酸化物および内部の溶存酸素とグラファイト中の C が結合し脱炭することがわかった. 更に, PS 温度が上がるにつれ, 心部硬さ HRA が上昇することがわかる. これは, 硬さを決定付けるのは脱炭量よりも焼結の進行であり, 純鉄粒子内部への C の拡散が支配的であることを意味する. 表から, 心部硬さ HRA が 1050°C で飽和していることもわかる. これは, 1050°C が一次焼結温度として十分であることを意味している. よって, 気孔の影響を除外し HRA 平均値での相対比較とした場合, 心部組織まで焼結が進むのに最低限必要な一次焼結条件は, 1050°C , 20 min であることがわかった.

Table 2.2-3 Hardness and carbon quantitative values of core areas ($\rho_{PS}: 7.4 \text{ Mg/m}^3$).

PS conditions	C [mass%]	HRA 60 kgf	HV 0.2 kgf	
			Pearlite	Ferrite
975°C , 20 min	0.31	44.4	201	130
1000°C , 20 min	0.30	45.0	198	128
1025°C , 20 min	0.30	46.0	199	123
1050°C , 20 min	0.29	47.3	197	129
1075°C , 20 min	0.28	47.6	197	123
1100°C , 20 min	0.28	47.4	205	134

2.2.2.3 Mo 系部分拡散合金粉における拡散

Table 2.2-4 にドイツの G. F. Hüttig によるタンマン指数^{2.15)}を示す。これは焼結機構の段階を指数 α (=温度[K] / 融点[K]) の範囲で示すものである。表から 0.37~0.53 で表面は安定し格子拡散(体拡散)により全域で Fe 原子の移動を生じていること、0.48~0.80 では新結晶核生成により結晶成長が起こる領域であることがわかる。本研究の温度領域 900~1100°C は、純 Fe 粉の場合 0.65~0.76 に相当するので、結晶成長している状態と考えられる。また、炭素が増えるほど融点は下がり、タンマン指数は更に増加するので、黒鉛粉を含む焼結鉄の場合、所々で結晶粒の粗大化が起きると予想される。

Fig. 2.2-12 に本研究の調査対象域がわかる Fe-Mo 系二元状態図^{2.16)}を示す。図の温度領域 900~1100°C に着目すると、純鉄中の Mo が 0 から 5% まで増えるにつれ、結晶相は $\gamma \rightarrow \gamma + \alpha \rightarrow \alpha$ といったように、 α -Fe が主体となっていくことがわかる。本研究では純鉄ベースの部分拡散合金粉のため、焼結中の純鉄粉内部は γ -Fe 領域にあるが、粒子間接触部に Mo や C が集中している部位も存在する複雑な系である。すなわち平均値として Mo 添加量は 1 mass%，炭素添加量は 0.35 mass% であるが、局所的にはそれらより遙かに高い添加元素が粒子として Fe 粒子間接触部に存在する。その痕跡を示しているのが、Fig. 2.2-11 に示した一次焼結体の断面 SEM 像といえる。Fe 系の拡散係数については後述するが、 α -Fe \gg γ -Fe である。よって、原料粉内には γ -Fe だけで

Table 2.2-4 Tammann's factor, α (α = Temperature [K] / Melting point [K]).

Step No.	Range of α	Phenomena
1	0 - 0.23	Adhesion of each powders. Not shrink.
2	0.23 - 0.36	Surface diffusion by the activation of powder surfaces.
3	0.33 - 0.45	Crystal growths by the movement of grain boundaries. Stabilization of powder surfaces.
4	0.37 - 0.53	Atoms transfer at all area by the volume diffusion.
5	0.48 - 0.80	Crystal growths by the new creation of crystal cores.
6	0.80 - 1.00	Grains coarsening. Preparation processes before the melting.

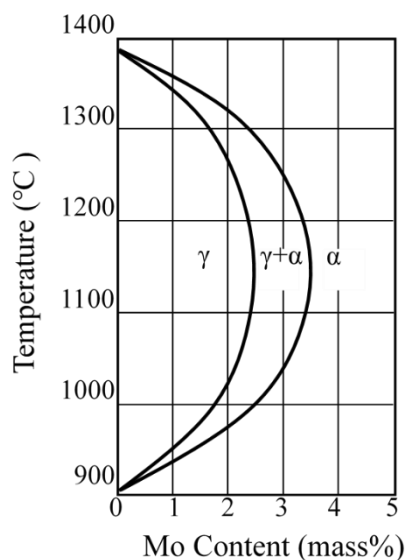
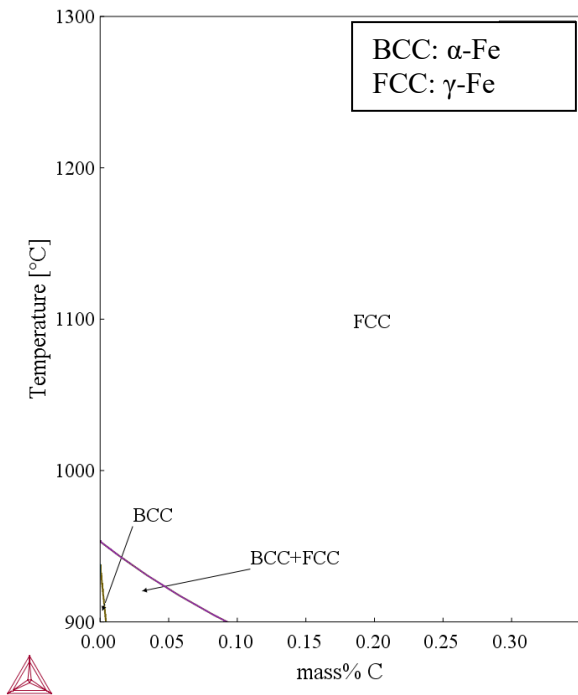


Fig. 2.2-12 Local equilibrium phase diagram of Fe-Mo^{2,16)}.

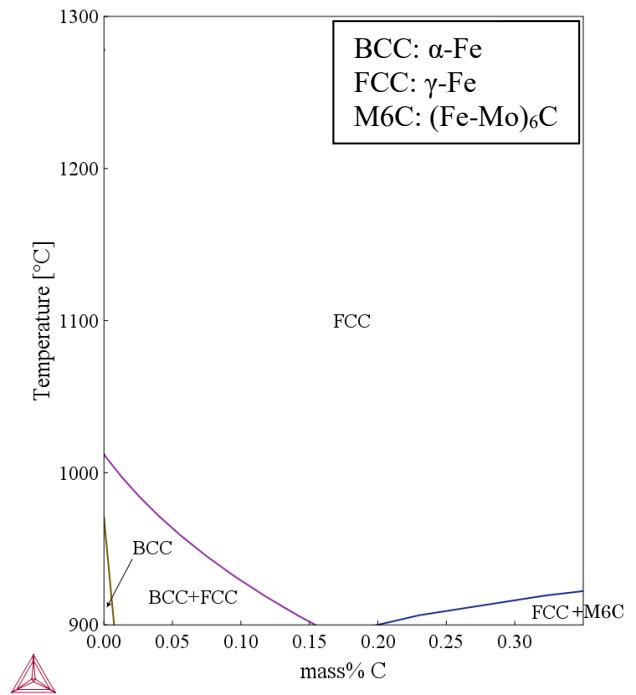
なく，最も自己拡散の速い α -Fe 単相および高速な α -Fe+ γ -Fe 混合相が一部存在し，Mo による焼結の促進が期待される。

Fig. 2.2-12 は純鉄と Mo の二元系であるので，これに炭素が入った場合の変化を確認した。Fig. 2.2-13 に熱力学計算ソフトウェア Thermo-Calc 2017a (データベース名 SSOL6: SGTE Alloy Solutions Database v6.0)を用い作成した，温度域 900~1300°Cおよび 0~0.35 mass% C における Fe-C 系状態図を示す。ここで，各図は Mo を各値 (1 mass%, 2 mass%, 3 mass%, 4 mass%) に固定した。Fig. 2.2-13 (a)から，900~950°Cの低温と極低炭素を満たせば， α -Fe 単相および γ -Fe+ α -Fe 混合相の高速拡散域が存在し，およそ 950°C以上であれば 0.35 mass% C 以下の領域で金属組織はほぼ γ -Fe であることがわかる。また，Fig. 2.2-13 (b), (c), (d)より Mo の添加量を増やしていくことで， α -Fe 単相および α -Fe+ γ -Fe 混合相の高速拡散域が更に拡大されることがわかる。よって，0.35 mass% C, 1 mass% Mo 部分拡散合金粉として考えると，1000~1100°Cの焼結の場合は基本的に γ -Fe であるが，その温度帯で Fig. 2.2-13 (d)のように，黒鉛が付着していない 0.02 mass% C 以下すなわち純鉄状態で，かつ添加 Mo 粒子が付着して局所的に Mo が 4 mass%以上存在する鉄粒子の接触点では，高速拡散する α -Fe 単相とわかる。

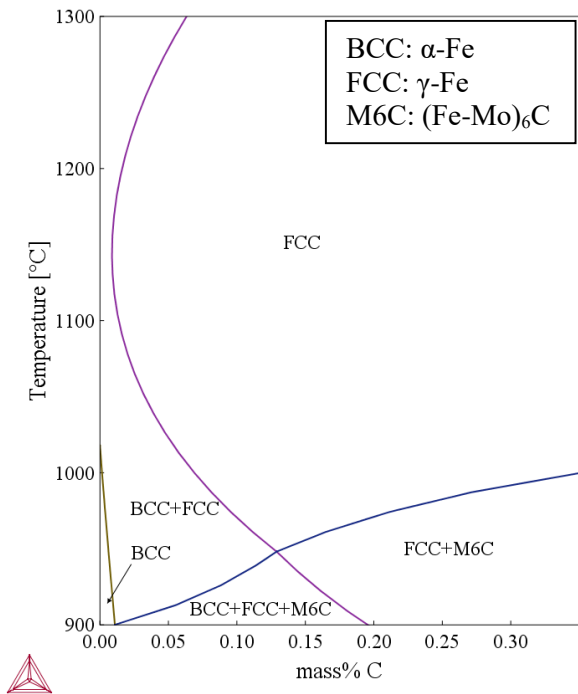
以上から，極低炭素状態が Mo 系部分拡散合金粉における高速拡散のキーといえる。



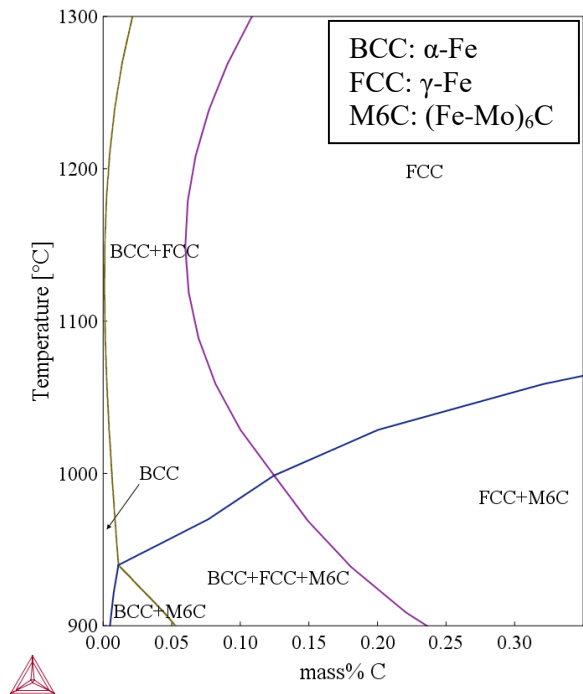
(a) Fe-C diagram at 1.0 mass%Mo.



(b) Fe-C diagram at 2.0 mass%Mo.



(c) Fe-C diagram at 3.0 mass%Mo.



(d) Fe-C diagram at 4.0 mass%Mo.

Fig. 2.2-13 Equilibrium phase diagrams of Fe-C-Mo by Thermo-Calc.

主たる拡散は表面拡散，粒界拡散，体積拡散(体拡散)の速度順で，表面拡散および粒界拡散は焼結の初期で完了する^{2.17, 2.18)}ため，タンマン指数の考え方と併せ，拡散の主体は体拡散とみられる．よって，塑性変形能や機械的特性(衝撃値および強度)に影響する焼結の進行すなわち粒子の結合は，体拡散が最も影響していると考えられる．本研究における一次焼結条件の範囲では，オストワルド成長(粒界近傍の気孔の合体および消滅，粒内の微細気孔の孤立化)にまで至らないため，Fe粒子接触部での元素の拡散が中心となり，その拡散は密度，温度，時間および気孔分布

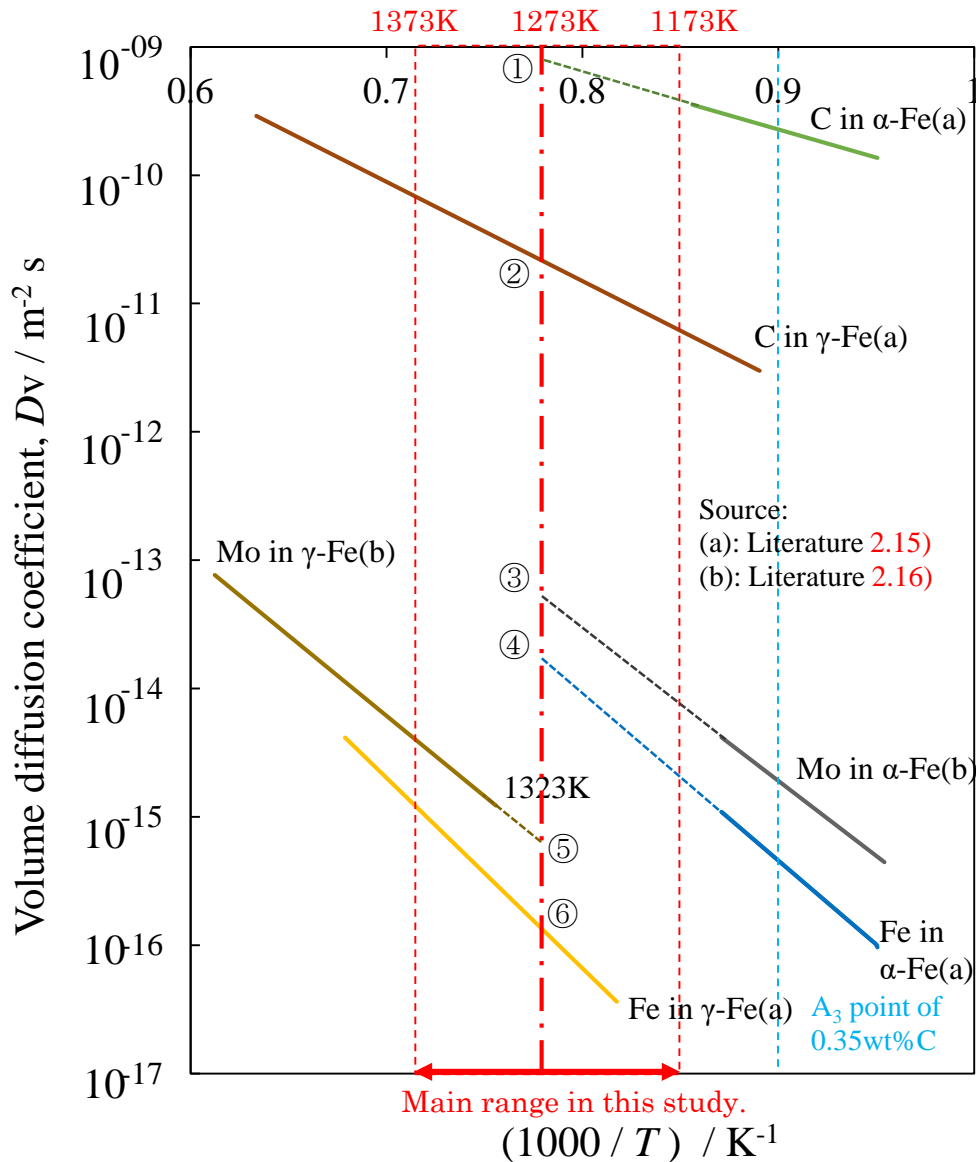


Fig. 2.2-14 Volume diffusion coefficients in Fe.

とその形状などに依存すると考えられる。そこで、文献^{2.19, 2.20}から引用した自己拡散係数(D_{v0})および活性化エネルギー値(Q_v)をもとに、Fig. 2.2-14 に Fe, C, Mo についての体拡散係数($D_v = D_{v0} \exp(-Q_v / RT)$)を示す。本研究の温度域 900~1100°C では、 α -Fe と γ -Fe が同時に存在することから、図の直線①③④⑤のように直線を外挿し、同温度 1000°C ($1000/T = 0.7855$)でみると、④ α -Fe 中の自己拡散係数よりも、⑥ γ -Fe 中の自己拡散係数は約 1/100 で拡散が遅いことがわかる。また、Fe 中の拡散は速い順に C, Mo, Fe であり、特に α -Fe 中および γ -Fe 中どちらであっても C は極めて高速に拡散することがわかる。前述の Fe-Mo 系状態図と併せて考えると、

- ① Mo 濃化部で α -Fe 中の C 拡散 (~0.02%)
- ② ネック周辺にいる付着 C が粒同士の微細な接触点で両 γ -Fe 中に拡散
- ③ Mo 濃化部で α -Fe 中の Mo 拡散, α -Fe 域の拡大
- ④ α -Fe 中の自己拡散 (高速なネック成長)
- ⑤ C が固溶した γ -Fe 中の Mo 拡散
- ⑥ γ -Fe 中の自己拡散 (C, Mo なしでの遅いネック成長)

の順で同時並行的に拡散が進み、その中の④と⑥によりネック成長し、更に粒内へと Mo および C が拡散することで金属組織のパーライト化が進むと考えられる。

Fig. 2.2-15 に拡散の模式図を示し、1000°Cでの体拡散係数(D_v)を併記した。図で①③④は同位置で起きるが、その他はそれぞれ異なる場所で起きていると考える。

すなわち、Mo 系部分拡散合金粉では、C が存在せず Mo が多く存在する Fe 粒子間接触面で α -Fe となるので、高速な α -Fe 自己拡散で焼結を促進させることが重要である。ただし、一次焼結時点で添加元素(C, Mo)の拡散が不十分な場合、各所に残留した添加元素の塊が冷間鍛造後および最終熱処理後も残留し、組織的欠陥となる可能性があるため、拡散が必要十分な一次焼結条件の選択は重要である。よって、この時点で密度、硬さおよび金属組織などから有効な一次焼結条件を決定することはできない。これについては、次節の調査結果および次章の機械的特性の調査結果と併せて検討することとする。

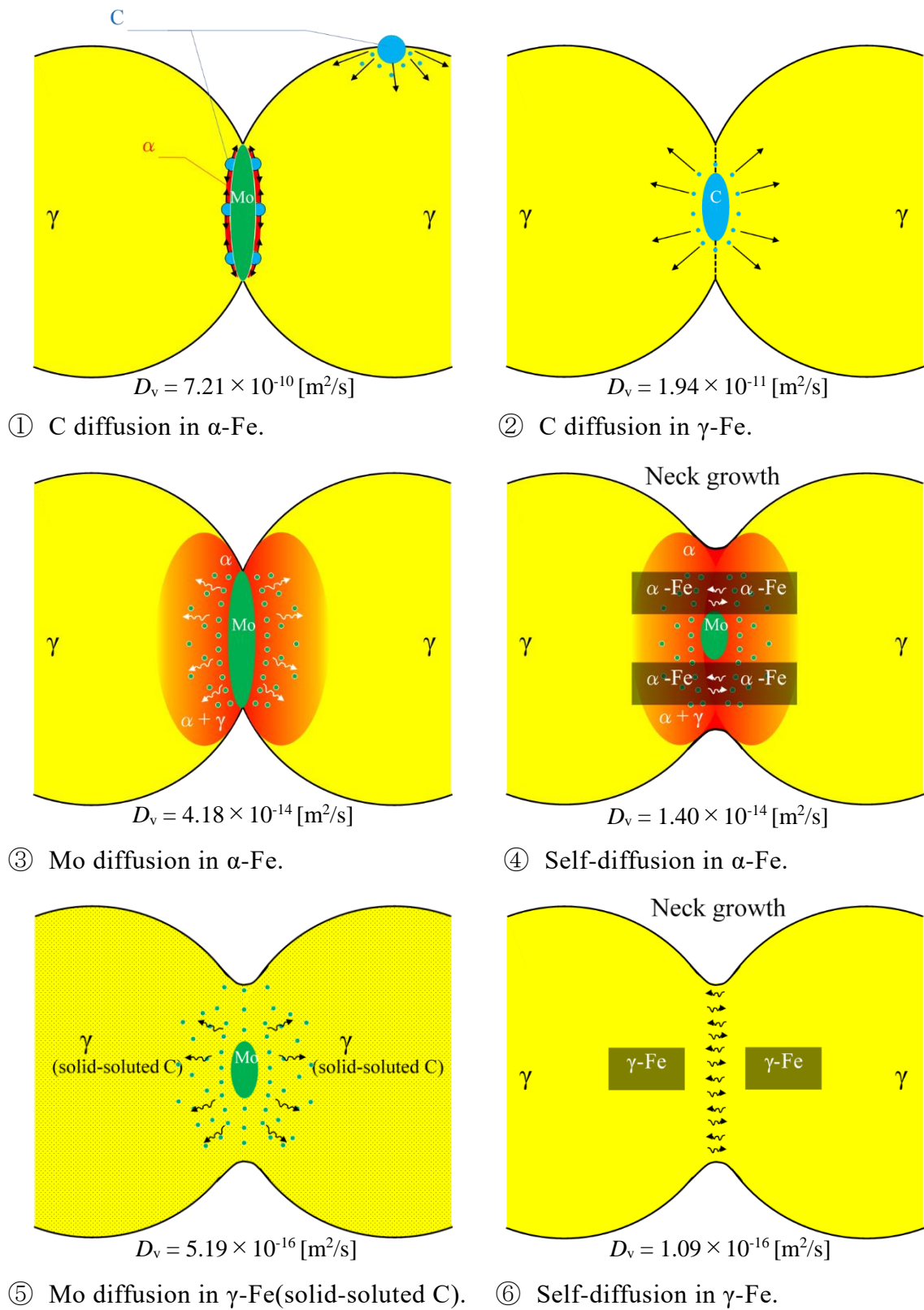


Fig. 2.2-15 Schematic images of diffusion mechanism and diffusion elements (Fe, Mo, C).

2.3 金属組織におよぼす冷間鍛造条件の影響評価

2.3.1 供試材および実験方法

Fig. 2.3-1 に油圧プレス機による一次焼結体の冷間鍛造工程を示す. 構造は基本的に Fig. 2.2-3 の圧粉体成形に類似しており, 成形ではダイを支えていたバネを鍛造では固定棒とした片押し式である. この様式で, 上パンチ断面の幅および奥行きを 2 mm ずつ縮小し, 一次焼結試験片の鍛造面 (上面) の外周に 1 mm 幅の余肉を出す後方押し式とした. 冷間鍛造 (Cold Forging : CF) は, 設定荷重を 400~1300 kN, 負荷時間 1 s として行った. これにより, 同組成の溶製材の密度 7.874 Mg/m^3 を 100%とした場合の密度比で最高約 99% ($\approx 7.82 \text{ Mg/m}^3$) まで高密度化した.

Fig. 2.3-2 に冷間鍛造後の試験片形状を例示する. この試験片の平均密度および寸法測定後, 冷間鍛造した際に鍛造面から上に伸張した余肉を除去し, その表面を #800 のエメリー紙で仕上げた. また, 側面角および下面角のバリは除去し, 面取り形状とした.

塑性変形能および密度変化を調査するため, 冷間鍛造した試験片中央を切断し, その断面に対して機械研磨 (#240 および #800 エメリー紙, 粒径が $9 \mu\text{m}$ および $3 \mu\text{m}$ の

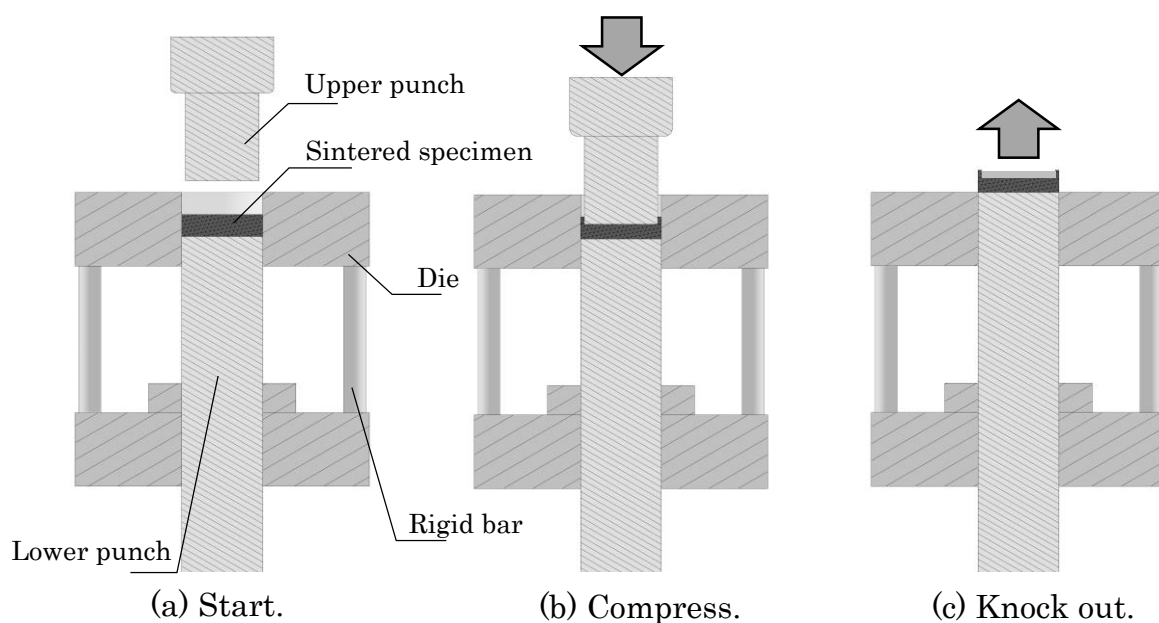


Fig. 2.3-1 Schematic of cold-forging.

ダイヤモンド研磨および $0.1\ \mu\text{m}$ アルミナバフ研磨) を行い, 全体をデジタルカメラで観察した. 金属組織は 2.2 節同様, 研磨面に対し 3% ナイタールでエッチングし, 光学顕微鏡 (OM) で観察した. 試験片の各部寸法はノギスおよびダイヤルゲージで測定し, 小数点第二位まで記録した. 試験片の平均密度は, 水浸法 (アルキメデス法) で試験片全体の密度を測定した.

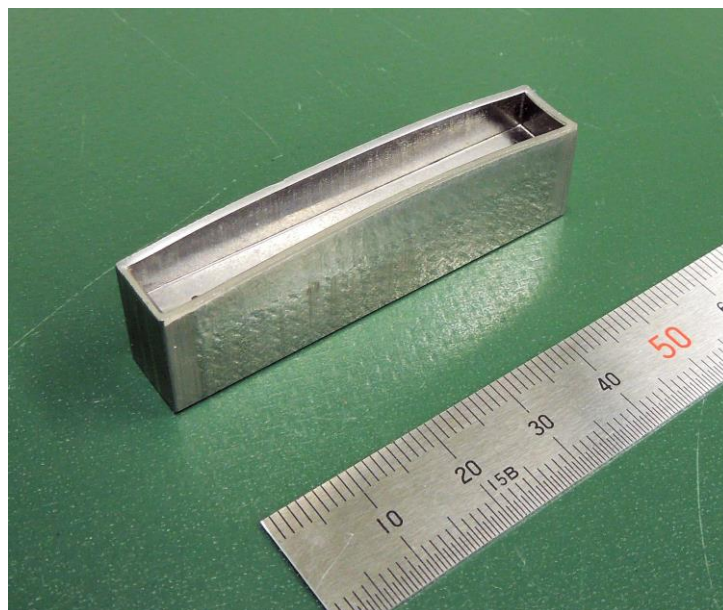


Fig. 2.3-2 An example of sintered and cold-forged specimen.

2.3.2 結果および考察

2.3.2.1 冷間鍛造体の形状

冷間鍛造(CF)後の試験片の外観および形状変化の模式図を Fig. 2.3-3 に示す. 図(a)に示した試験片は, PS 条件として 1000°C , 60 min, $\rho_{\text{PS}} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$, CF 荷重として① 400 kN から 100 kN おきに⑨1200 kN まで実施したものである. CF 後の余肉形状は, 模式図(b)のとおり垂直断面(正面)方向から見て凹となり, 長手方向(側面)から見て凸形状となっている. これは, 塑性変形中に, ダイ側面と試験片との摩擦および角部の拘束状態の影響を受けにくい中央が最も塑性流動し, 余肉が盛り上がるためと考えられる. すなわち, Fig. 2.3-3 のような形状変化の場合, 長手方向の金属組織の塑性流動は殆どないと考えられる. この変形特性は後述する FEM 解析でも確認しており, 形状変化および高密度化過程を再現する焼結体の冷間鍛造に関する FEM 解析手法については第 5 章で述べるものとする.

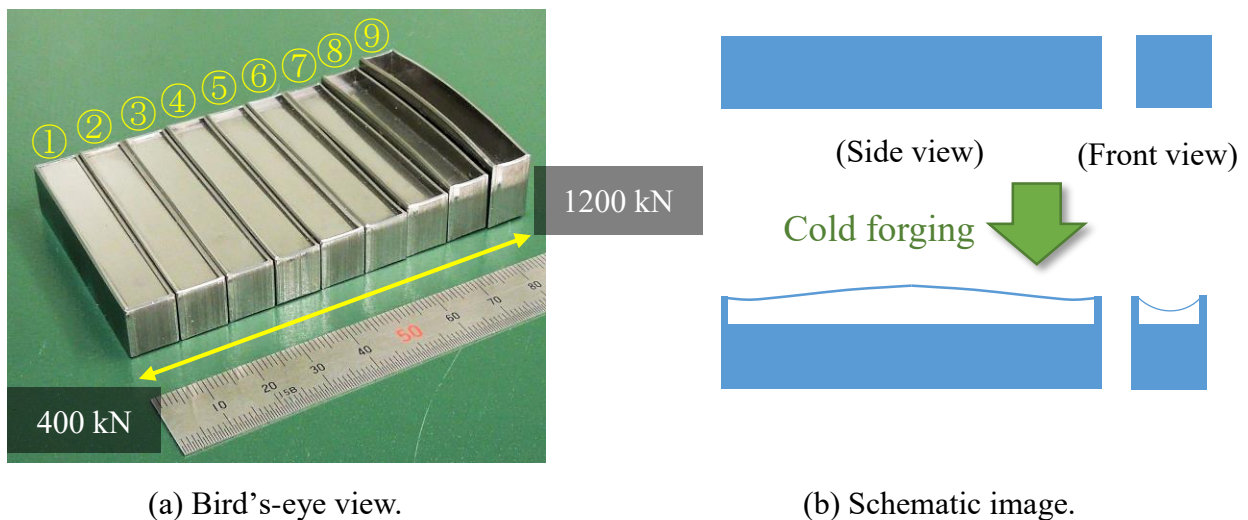


Fig. 2.3-3 Appearance and shape of cold-forged specimens.

2.3.2.2 塑性変形能および密度変化

(1) 断面形状と上面および余肉の高さ変化

Fig. 2.3-4 に、一次焼結体を荷重 400~1300 kN で冷間鍛造(CF)した試験片の中央を切断し、デジタルカメラで撮影した断面形状を示す。図から、鍛造荷重を増すほど、試験片底面から上面までの高さ(h_u)が低く、余肉高さ(h_f)が高くなる傾向がわかる。これらについて、ダイヤルゲージを用いて h_u および h_f の測定を行い、各 PS 条件で整理したものを Fig. 2.3-5 に示す。

図(a)から、 h_u に対しての h_f が一次焼結温度に関係なく、ほぼ同じ曲線上にあるとわかる。すなわち、PS 時間 20 min の場合、後方押し出しによる余肉の塑性変形量は一次焼結温度に依存しないことがわかる。

図(b)から、PS 時間 60 min の場合、20 min より h_u を低くかつ h_f を高くすることが可能であることがわかる。よって、同じ鍛造荷重であれば、PS 時間 60 min の方が 20 min より更に圧下可能で、塑性変形能に優れていることが示唆される。PS 時間による塑性変形能の違いについては、次項の余肉高さおよび鍛造後平均密度により詳細な検討を行う。

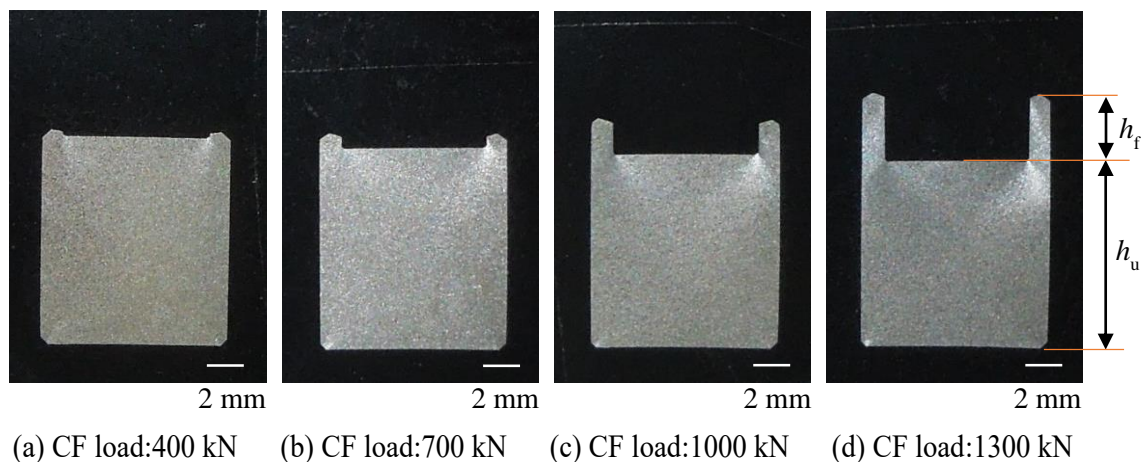
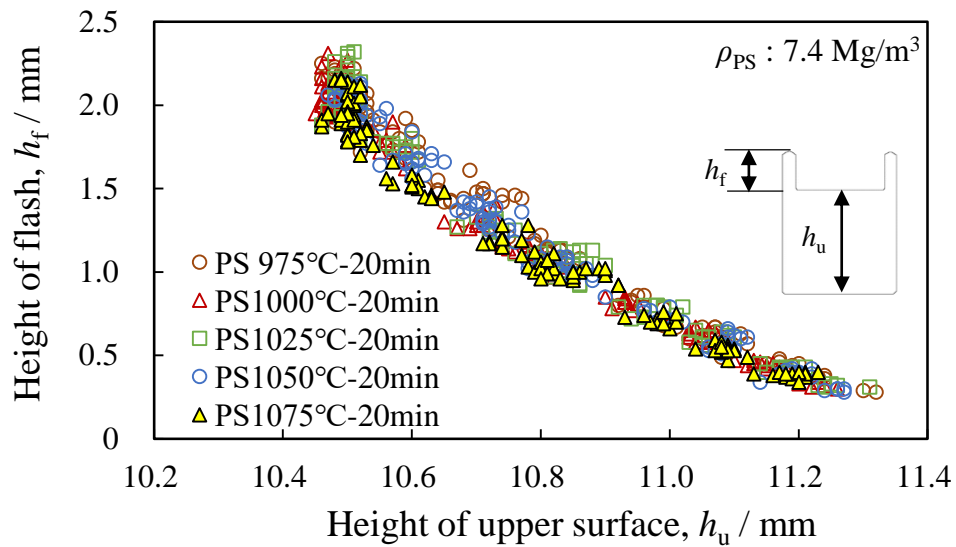
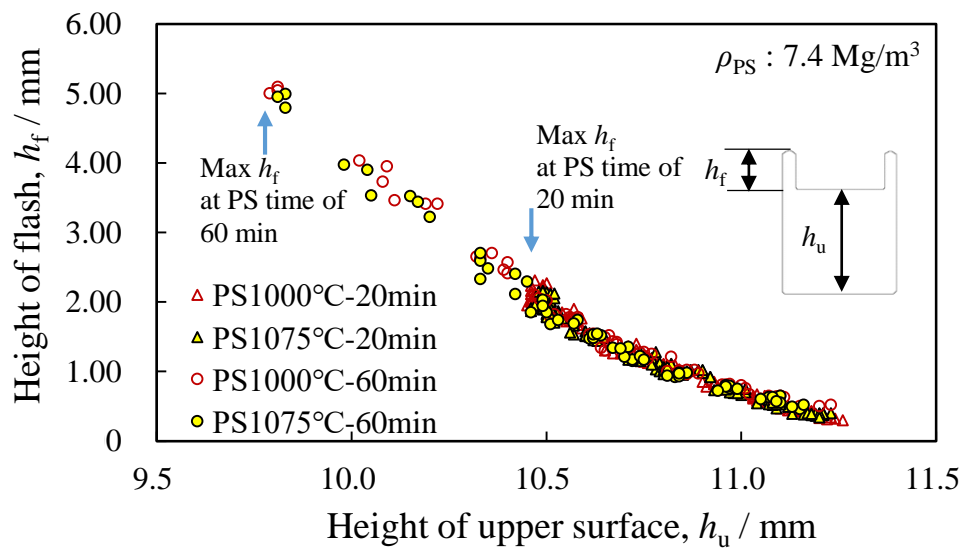


Fig. 2.3-4 Images of cross sections of cold-forged specimens (ρ_{PS} : 7.4 Mg/m³, PS conditions: 1050°C, 20 min).



(a) PS time: 20 min, PS temperature: 975-1075°C.



(b) PS time: 20 min and 60 min, PS temperature: 1000°C and 1075°C.

Fig. 2.3-5 Heights of both flash and upper surface of cold-forged specimens ($\rho_{PS} : 7.4 \text{ Mg/m}^3$).

(2) 余肉高さと鍛造後平均密度

Fig. 2.3-6 に一次焼結体(PS 時間 20 min)の冷間鍛造後の平均密度(ρ_{CF})と余肉高さ(h_f)の関係を示す. 各点は6点平均値である. 図から, 各一次焼結体密度(ρ_{PS})において一次焼結温度に依存せず, 高密度化につれて余肉の高さは指数関数的に上昇する傾向が認められる. また, ρ_{PS} が 7.4 Mg/m^3 では, ρ_{CF} が 7.8 Mg/m^3 に達し最も優れ, ρ_{PS} が 6.8 Mg/m^3 および 7.2 Mg/m^3 では, ρ_{CF} は 7.8 Mg/m^3 に達しないことがわかる. また, 同じ ρ_{CF} でも, 一次焼結体密度が低いほど予肉は若干高くなる傾向がある. $\rho_{PS} = 6.8 \text{ Mg/m}^3$, PS 条件 975°C , 20 min で余肉高さ $h_f = 2.5 \text{ mm}$ の場合, ρ_{CF} は 7.78 Mg/m^3 まで密度が

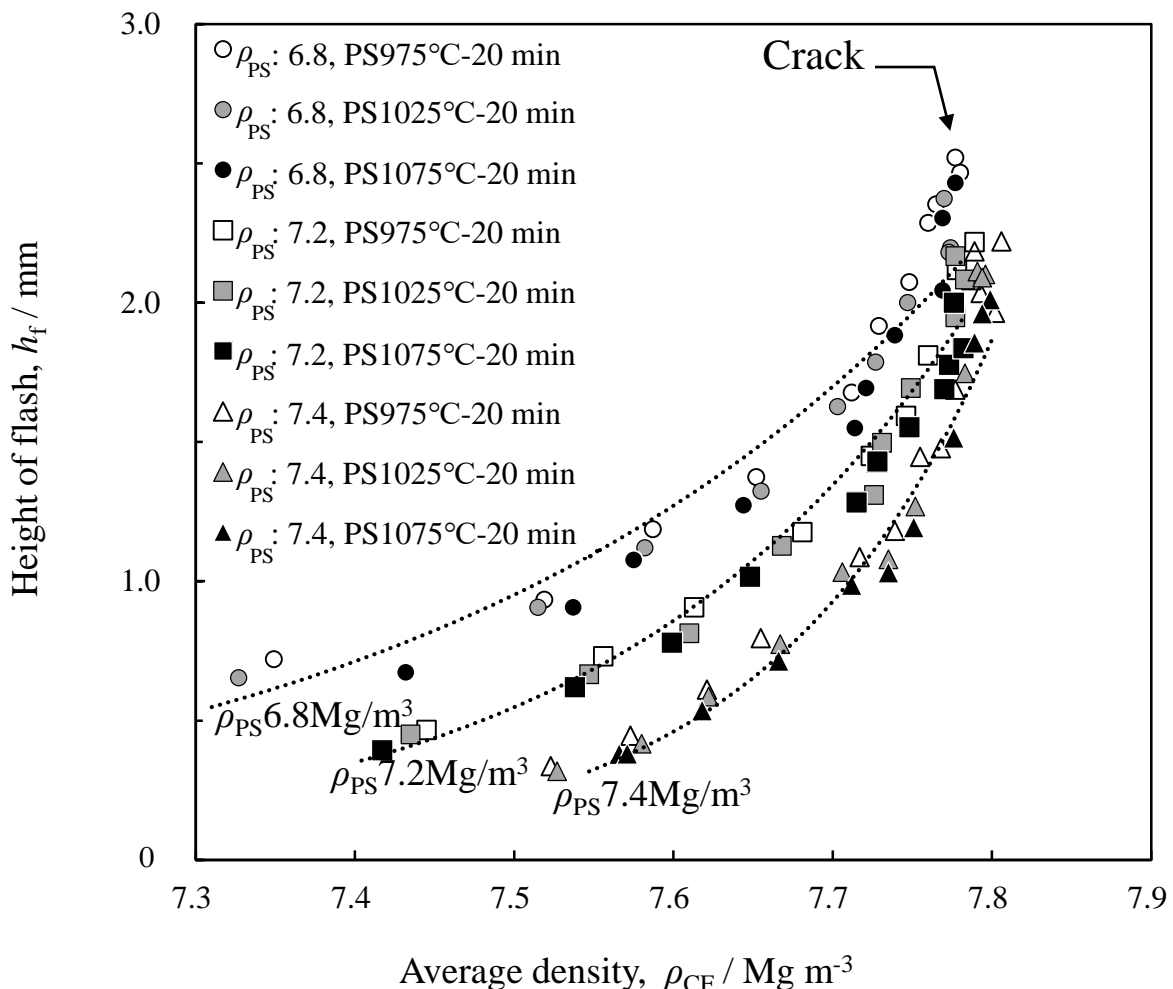


Fig. 2.3-6 Relationship of height of flash (h_f) and average density (ρ_{CF}) about ρ_{PS} 6.8 - 7.4 Mg/m^3 specimens.

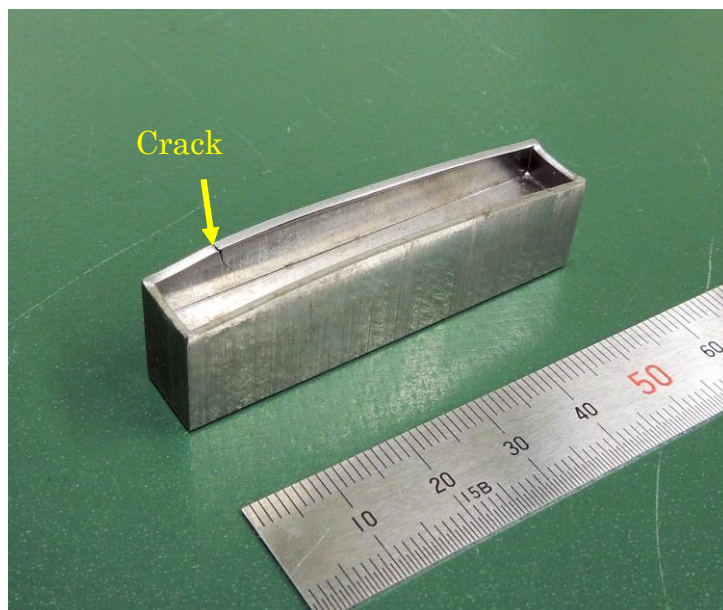


Fig. 2.3-7 Example image of flash cracking of cold-forged specimen (ρ_{PS} 6.8 Mg/m³, PS conditions: 975°C, 20 min, CF load of 1200 kN).

向上したが、Fig. 2.3-7 に示すように余肉端部から亀裂が発生した。よって、Fig. 2.2-12 の Fe-Mo 系状態図で述べた高温での α -Fe 自己拡散を含む焼結であっても、一次焼結体として低密度では、鍛造による高密度化特性および塑性変形能が劣ることがわかる。そのため、本研究の範囲で有効な一次焼結体密度は 7.4 Mg/m³ と判断した。

Fig. 2.3-8 に $\rho_{PS} = 7.4$ Mg/m³、PS 時間が 20 min および 60 min で、PS 温度が 1000°C および 1075°C の場合の ρ_{CF} と h_f の関係を示す。図より、高密度化および塑性変形特性に PS 温度の依存性は少なく、塑性変形能の向上には PS 時間を長くとることが効果的であるとわかる。PS 温度上昇は原子空孔を増やして拡散を促進し、一次焼結体炉冷組織のパーライト割合を上げる効果があるが、本研究の対象材は低炭素鋼にあたるので強度に大きな影響はない。徳永らによる研究^{2,21)} に示されているように、PS 時間を増やすことは、焼結の進行と共に気孔を球状化し、内部切欠き効果を下げる効果があるので、延性および靱性を向上させる。よって、焼結材は、主に焼結時間の増加による延性向上により、塑性変形能が向上すると考えられる。

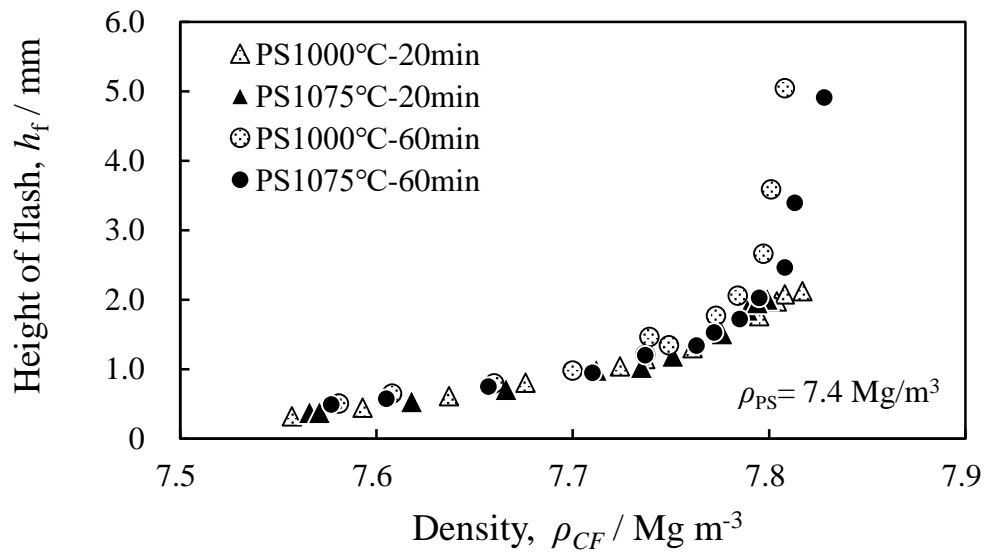


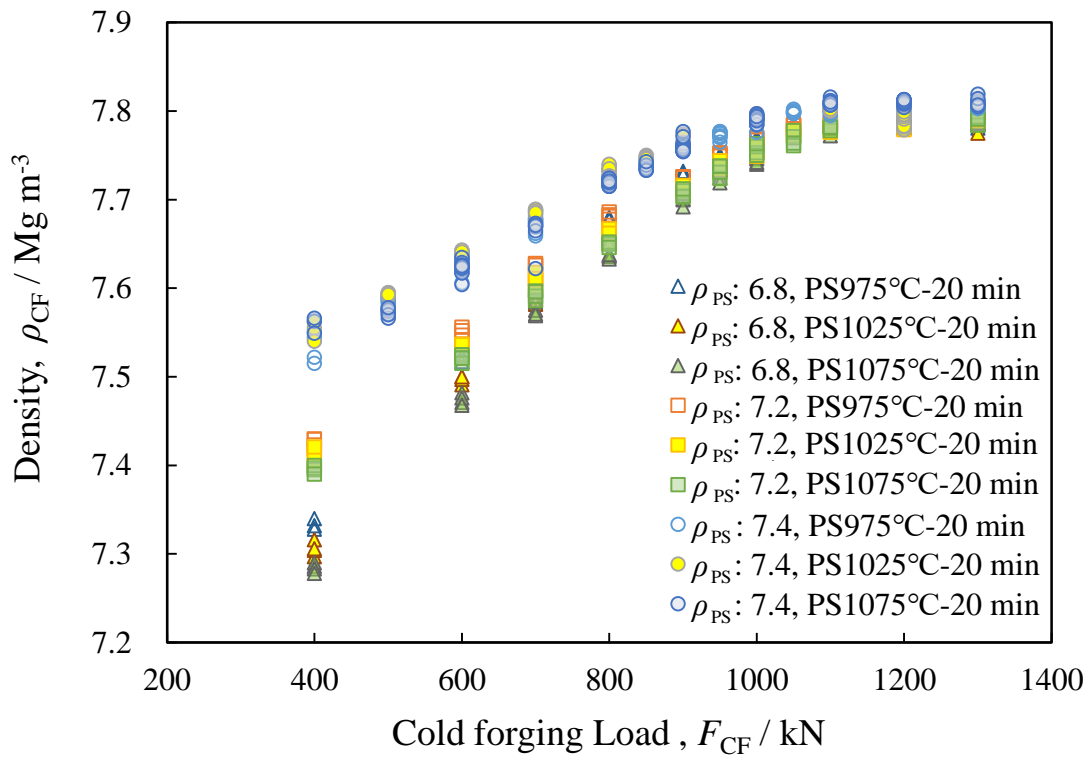
Fig. 2.3-8 Relationship of height of flash (h_f) and average density (ρ_{CF}) about $\rho_{PS} 7.4 \text{ Mg/m}^3$ specimens.

(3) 鍛造荷重と鍛造後平均密度

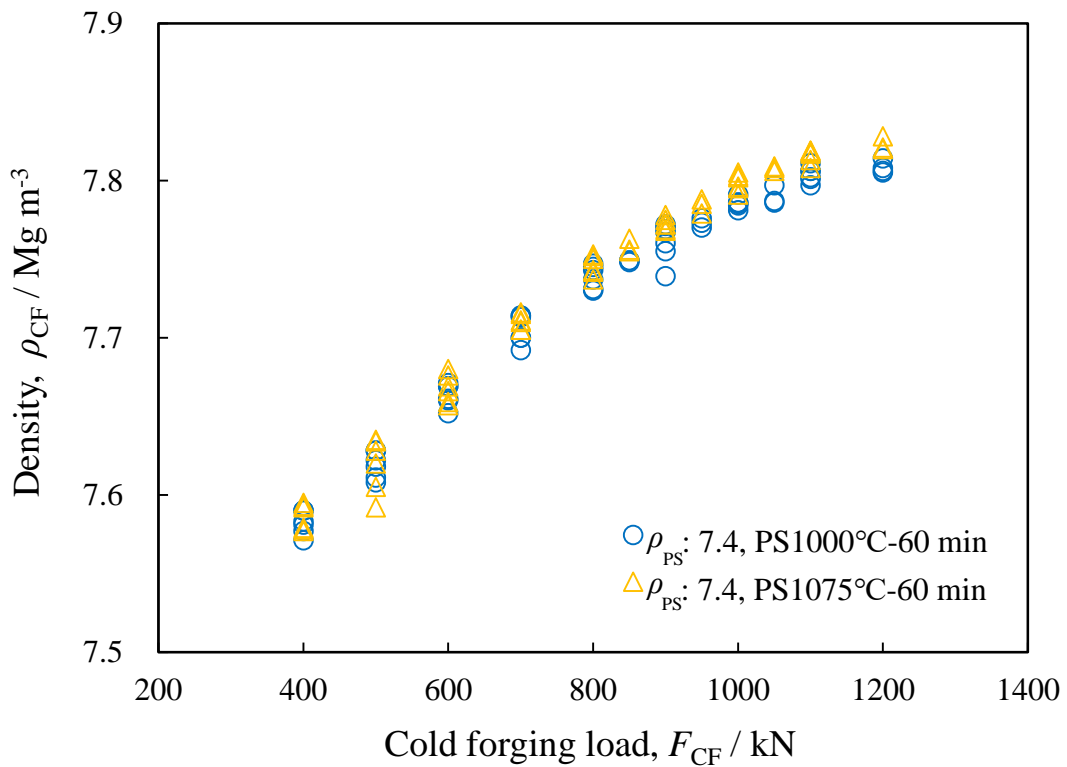
Fig. 2.3-9 に鍛造荷重(F_{CF})と ρ_{CF} の関係を示す。図(a)から、低荷重(400 kN)から高荷重(1300 kN)まで $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ の高密度化特性が優れていることがわかる。また、全ての ρ_{PS} および一次焼結条件において、 F_{CF} が 1200 kN で ρ_{CF} が飽和している。沖本らによる研究^{2,7)}から、密閉型の焼結冷間鍛造の場合、鍛造前の相対密度の高い方が鍛造後も高い相対密度になることがわかっている。本研究は開放型の後方押し出し式で異なる様式であるが、同様の傾向が得られた。また、図(b)から $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ で、PS 条件 1000°C, 60 min よりも PS 条件 1075°C, 60 min の方が、より高密度化できることがわかる。両者は同程度の塑性変形能を有していることも Fig. 2.3-8 で示されている。

よって、PS 条件 1075°C, 60 min のような高温焼結によるパーライト系組織の増加は、Table 2.2-3 に示したとおり、金属組織としては高硬度(200 HV)部位が増加する傾向にあるにもかかわらず、塑性変形能や高密度化に有効であることがわかった。そのため、低炭素焼結鋼の金属組織として、塑性変形能の確保には、低温処理で軟らかく変形能の高いフェライト系組織(120 HV)を優先的に残すことよりも、焼結を促進させパーライト化を進めることが重要であるといえる。

以上から、 ρ_{CF} が 7.8 Mg/m^3 以上の高密度化と優れた塑性変形能の両立には、①初期密度(ρ_{PS})を高く、②PS 時間を長く、③PS 温度を高くすることが効果的である。すなわち、 $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ 、PS 条件 1075°C, 60 min は有効条件の一つといえる。ただし、同じ $\rho_{CF} = 7.8 \text{ Mg/m}^3$ を実現するのに、PS 時間 20 min は少ない塑性変形量で済み、PS 時間 60 min ではより多くの塑性変形が必要という見方もできる。前節の Table 2.2-3 で、心部組織まで C が拡散し安定した硬さを得るのに最低限必要な一次焼結条件は、1050°C, 20 min であることを明らかにした。よって、ニアネットシェイプ重視であれば、PS 時間 20 min に優位性があるため、本研究では引き続き PS 時間 20 min 材も調査を進めた。



(a) PS time: 20 min.



(b) PS time: 60 min.

Fig. 2.3-9 Relationship between average densities (ρ_{CF}) and cold forging loads (F_{CF}).

2.3.2.3 冷間鍛造体の金属組織評価

Fig. 2.3-10 に一次焼結体に荷重を変えて冷間鍛造した鍛造面（上面）側の表層域断面の金属組織調査結果を示す．用いた一次焼結体は $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ ，PS 条件 1050°C ，

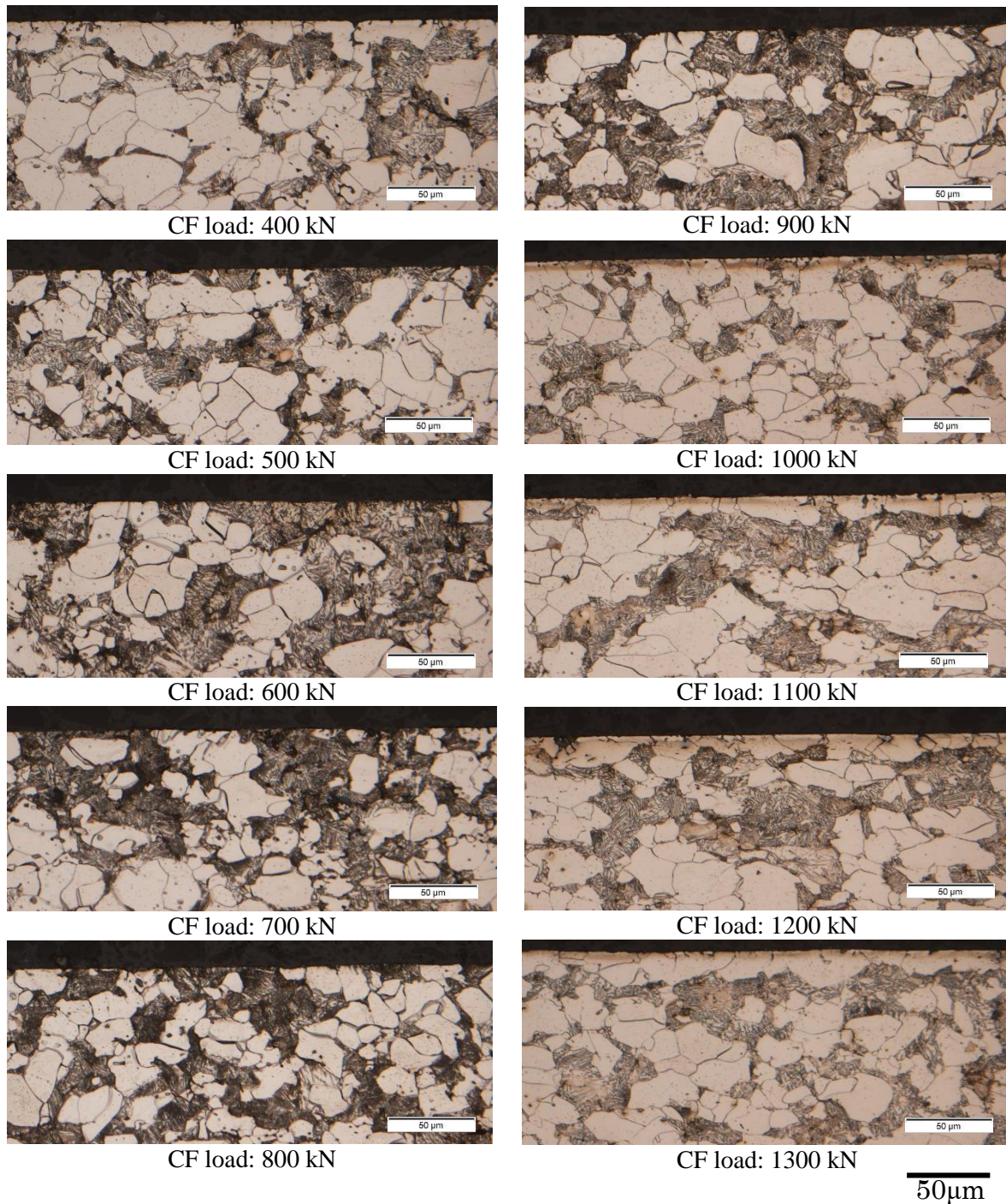


Fig. 2.3-10 Cross section microstructures of surface layers of cold-forged specimens (ρ_{PS} : 7.4 Mg/m^3 , PS conditions: 1050°C , 20 min).

20 min で, Fig. 2.2-5 の表面 SEM 像および Table 2.2-3 の心部硬さ評価で示したとおり, これら試験片の表層域および心部は必要十分に焼結が進んでいるものである. 図から, CF 荷重が 900 kN までは, 最表層のフェライト(白色)およびパーライト(着色部)がある程度粒形状を保っているのに対し, 1000 kN 以上になると, 最表面のフェライトが平坦に潰れていくことがわかる. これは, 鍛造でまず表層域の密度が限界まで向上し, それが深さ方向に順次進展していくことを示している. そして, 素材全体として高密度化限界に達すると, 溶製材と同様に余肉の大規模な塑性流動が始まるのが CF 荷重 1000 kN であり, 限界密度までの高密度化にはより高い鍛造荷重すなわち Fig. 2.3-9 (a) で密度が飽和した 1200 kN が必要と考えられる.

Fig. 2.3-11 および Fig. 2.3-12 に, CF 荷重 400 kN および 1200 kN の場合について, 鍛造後の試験片断面における鍛造面(上面)から余肉近傍までの金属組織をそれぞれ示す. Fig. 2.3-11 から, 余肉内側の角部の塑性流動は 400 kN では極僅かであるが, Fig. 2.3-12 の 1200 kN では大規模な塑性流動が起こっていることがわかる. また, Fig. 2.3-12 右上に示した角部を拡大した SEM 像から, 塑性流動部では気孔が殆ど見られず, 真密度に近い状態であることがわかる. 以上より, PS 温度に関係なく限界密度に達するのに有効な CF 荷重は 1200 kN であることが明らかとなった.



Fig. 2.3-11 Microstructure of corner of cold-forged specimen at CF load of 400 kN.

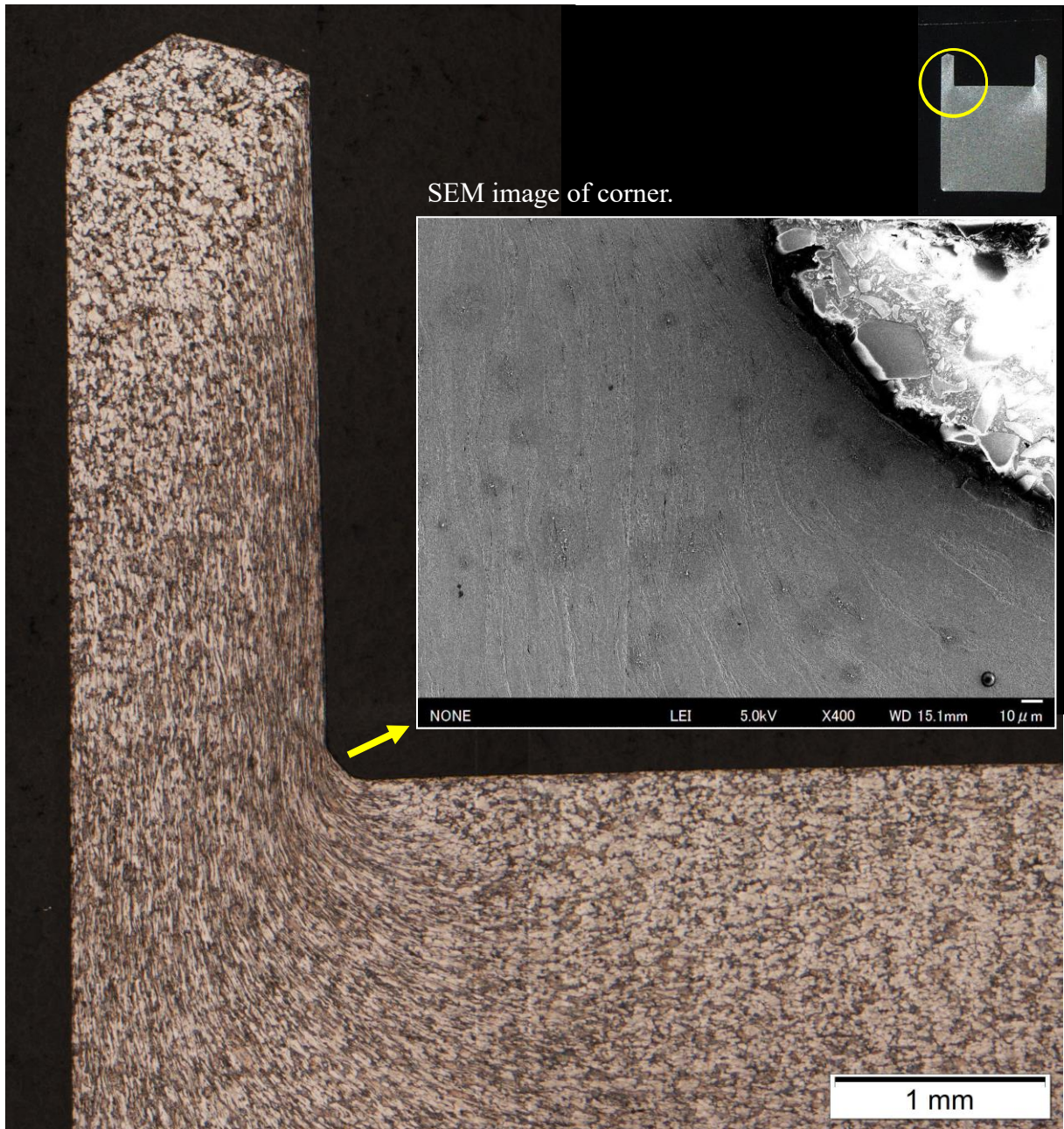


Fig. 2.3-12 Microstructure of corner of cold-forged specimen at CF load of 1200 kN.

2.4 結言

優れた焼結冷間鍛造材を作製しうる有効条件を探るため、Mo 系部分拡散合金粉の圧粉成形体を用いて一次焼結し、冷間鍛造を行った。試験片の各工程前後の金属組織、密度および塑性変形能を調査することにより、各工程条件がそれらの特性に及ぼす影響について評価した。得られた成果を以下にまとめる。

2.4.1 一次焼結体

- 1) 一次焼結体表面の電子顕微鏡観察から、密度に関係なく一次焼結温度 1000°C以上で表層の焼結が十分な場合、表面の結晶粒界に沿って溝が生成されることが明らかとなった。
- 2) 一次焼結温度を上げるとフェライト系組織が減少し、パーライト系組織が増加する。その際、鉄粉表面に付着していた C や Mo は Fe 粒子間接触面で挟まれており、成長する焼結ネックを經由し粒内に拡散することで焼結を促進する。
- 3) Fe-Mo 系二元状態図より、粉末表面に C が存在せず Mo が多く存在する Fe 粒子間接触面で Mo が拡散すると α -Fe となり、 γ -Fe より高速な α -Fe の自己拡散が起きて焼結を促進する。しかし、Fe 粒子間接触面に低炭素鋼レベルであっても C が含まれる場合、Mo の有無にかかわらず殆ど γ -Fe となるため、通常の焼結速度となる。
- 4) 真空焼結であっても焼結材が脱炭した。これは、一次焼結温度が上がるにつれ、原料粉内の溶存酸素および表面酸化物の還元量が増え、含有潤滑剤の炭素だけでなく添加グラファイトも消費されたためと推測される。それでも心部硬さ HRA が上昇したのは、脱炭よりも添加元素 C の拡散が支配的であることを意味する。

2.4.2 冷間鍛造体

- 1) ノッチなしシャルピー衝撃試験片を後方押し出し式で冷間鍛造すると、余肉形状は、垂直断面(正面)方向から見て凹となり、長手方向(側面)から見て凸形状となる。これは、塑性変形中にダイ側面と試験片との摩擦および角部の拘束状態の影響を受け

にくい中央が最も塑性流動し、余肉が盛り上がるためと考えられる。

- 2) 一次焼結体密度と一次焼結時間が一定の場合，一次焼結温度に依存せず，冷間鍛造による密度上昇に伴い，予肉の高さは指数関数的に上昇する傾向が認められる。一次焼結体密度が低いほど冷間鍛造による予肉は高くなる傾向があるが， 6.8 Mg/m^3 以下の低密度焼結体を 7.8 Mg/m^3 以上に鍛造した場合，余肉割れの可能性が高まる。
- 3) 一次焼結体密度が高いほど冷間鍛造による限界密度も高くなる。この限界密度に達するのに必要十分な x 鍛造荷重は 1200 kN であり，その密度は 7.8 Mg/m^3 以上となることがわかった。
- 4) 一次焼結温度および冷間鍛造後の密度が同じであっても，焼結時間が長い方が気孔の球状化を促進し，塑性変形能に優れる。一次焼結条件 1075°C ， 60 min で密度 7.4 Mg/m^3 の焼結体は，パーライト系組織の増加にもかかわらず，冷間鍛造による高密度化特性と塑性変形能に優れることが明らかとなった。

参考文献

- 2.1) 日本金属学会：金属便覧 改訂6版，(2000) p. 506.
- 2.2) 三浦秀士，高木研一：粉末冶金の科学，内田老鶴圃，(1996) p. 308.
- 2.3) H. W. Antes: Cold forging iron and steel powder preforms, Modern Developments in Powder Metallurgy Vol. 4, New York Premium Press (1971) pp. 415-424.
- 2.4) 中川威雄，天野富男：純鉄粉の焼結冷鍛，塑性と加工，Vol. 17 (1976) pp. 53-60.
- 2.5) 天野富男，中川威雄，小原邦夫，西野良夫：純鉄および低合金鋼焼結体の冷間鍛造性，塑性と加工，Vol. 18 (1977) pp. 276-283.
- 2.6) R. J. Dower, G. I. Miles: The cold forging of two automobile components from sintered powder preforms, Powder Metall. Int. Vol. 11 (1979) pp. 101-102.
- 2.7) 沖本邦郎：焼結部品の接合加工，塑性と加工，Vol. 27 (1986) pp. 1145-1152.
- 2.8) 粉体粉末冶金協会：粉体粉末冶金便覧，内田老鶴圃，(2010) pp. 153-154.
- 2.9) 中村尚道，藤長政志，上ノ菌聡，小泉晋，安間裕之，吉村隆志：冷間鍛造されたち密な焼結材料の機械特性，材料とプロセス，Vol. 17 (2004) p. 1079.
- 2.10) 中村尚道，上ノ菌聡，藤長政志，小泉晋，安間裕之，吉村隆志：真密度に近いち密な焼結体を製造できる焼結冷間鍛造工法，JFE 技報，No. 7 (2005) pp. 19-23.
- 2.11) 齋藤滋之，太田純一，藤長政志：粉末冶金技術の動向と「JIP」鉄粉製品，JFE 技報，No. 26 (2010) pp. 43-47.
- 2.12) 中村尚道，藤長政志，小泉晋，安間裕之：真密度に近い焼結部材を製造可能とする焼結冷間鍛造工法，まてりあ，Vol. 52 (2013) pp. 80-82.
- 2.13) Höganäs: Iron and steel powders for sintered components, Höganäs Handbook for Sintered Components, (2017) pp. 10-11.
- 2.14) K. S. Narasimhan: Technology advances for the growth of powder metal in automotive applications, J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy Vol. 54 (2007) pp. 499-505.
- 2.15) 木村尚：粉末冶金 その歴史と発展，アグネ技術センター，(1999) p. 37.

- 2.16) 黒木 英憲, 徳永 洋一 : 焼結鉄の靱性に及ぼす Mo と Ni の影響, 粉体および粉末冶金, Vol. 20 (1973) pp. 43-48.
- 2.17) 石田恒雄 : 焼結材料工学, 森北出版, (1997) pp. 77-84.
- 2.18) 三浦秀士, 高木研一 : 粉末冶金の科学, 内田老鶴圃, (1996) pp. 274-292.
- 2.19) 日本規格協会 : 金属材料データブック, (2004) pp. 21-22.
- 2.20) 及川洪 : 鉄中の格子拡散, 鉄と鋼, Vol. 68 (1982) pp. 1489-1497.
- 2.21) 徳永洋一 : 焼結鉄における機械的性質の評価, 日本金属学会会報, Vol. 11 (1972) pp. 353-367.

第3章 焼結冷間鍛造材および熱処理材の機械的特性

3.1 緒言

第2章では、焼結冷間鍛造材の金属組織、密度および塑性変形能の調査を行い、金属組織の変化、硬さおよび元素分布といった特性に拡散現象が大きく関与していることを確認した。天野および中川らは、焼結材への非密閉型の高荷重冷間鍛造では、気孔が押し潰され十分に密度が上昇した後、塑性流動して高密度化が進むと述べている^{3.1)}。沖本らは、焼結体は圧粉体よりも緻密化されやすく、焼結体を冷間圧接した場合、再加圧前の密度が高い方が、再加圧後も高い密度になることを示している^{3.2)}。前章の結果は、上記研究の知見と矛盾もなく妥当である。しかし、これだけで焼結冷間鍛造の有効条件を結論づけることはできない。よって、前章の成果を本章の機械的特性の調査と併せて、有効な工程条件を検討することとした。

焼結鍛造の研究に用いられている一次焼結条件は、温度が800~1300°C、時間が20~120 minなど多岐に渡る^{3.3)-3.8)}。また、要求される形状や寸法精度によって、大塑性変形させる押出し加工すなわちフォーミング、塑性変形が少量のサイジングおよびコイニングなど、鍛造手法が使い分けられている^{3.9)-3.11)}。それらの研究では、一次焼結は低温(1000°C以下)又は高温(1100°C~1300°C)で固定条件とする場合が多く、鍛造後の密度および物性変化に着目している。その理由として、焼結鍛造では、外観上き裂のない高密度化を重視し、一次焼結は形状保持のための工程として、その追究はあまりされていないものと推測される。

本研究の目的は、焼結冷間鍛造のそれぞれの工程で有効な条件を示し、最終的に機械的特性、特に疲労強度に優れた熱処理材を実現することである。第2章の金属組織、塑性変形能および密度調査から、先行研究に多く見られる焼結時間を20~40 min程度に抑えて、焼結温度を1100~1300°Cに上げることで元素の拡散量を確保する従来の方法ではなく、一次焼結を実用的な1100°C以内とし、一次焼結体密度を実用上最高の7.4 Mg/m³として、焼結時間を必要十分すなわち60 minとすることが、最終密度を上

げ，かつ優れた塑性変形能を得るためには重要であることが示された．また，大塑性変形させることなく，高密度化が可能な焼結時間 20 min の実用可能性も示唆された．

そこで，本章でも一次焼結時間を主に高密度化および塑性変形能に優れた 60 min と，高密度化およびニアネットシェイプに適した 20 min に絞って，機械的特性(曲げ強度および衝撃特性)を調査した．具体的には，各材料の機械的特性に及ぼす一次焼結温度，焼結体密度，冷間鍛造および熱処理の影響を調査し，前章の金属組織，塑性変形能および高密度化特性の知見と併せて，有効な工程条件を検討した．

3.2 曲げ強度特性に及ぼす一次焼結と冷間鍛造および熱処理の影響調査

3.2.1 供試材および実験方法

第2章と同様に、Mo系部分拡散合金粉を用いて、フローティングダイ法による370～980 MPa加圧での成形(Compacting)、加熱温度975～1075℃での一次焼結(Primary Sintering: PS)、荷重400～1200 kNでの冷間鍛造(Cold Forging: CF)を実施した。試験片は、JIS規格^{3,12)}に従い、寸法が幅10 mm×長さ55 mmで高さ約10 mmのノッチなしシャルピー衝撃試験片と同形状のものを用いた。

Fig. 3.2-1に焼結冷間鍛造(PS-CF)材に行った熱処理プロファイルを示す。図に示すとおり、標準的なガス浸炭熱処理(Gas Carburizing: GC)として、浸炭条件900℃、180 min、RXガス+エンリッチガス使用、カーボンポテンシャル(CP)0.9とし、860℃から100℃油焼入れ(Oil Quench: O. Q.)および窒素中で180℃、120 minの焼戻し(Tempering)を施した。

試験片の平均密度として、第2章と同様に試料全体の密度を水浸法(アルキメデス法)で測定した。表層域の金属組織は、試験片の断面に対して機械研磨(#240および#800エメリー紙、9 μmおよび3 μmダイヤモンドおよび0.1 μmアルミナバフ研磨)を行い、光学顕微鏡(Optical Microscope: OM)および走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM)により観察した。得られた結果を総合し、熱処理材として最終的に高強度を実現するPSおよびCFの有効条件を検討した。

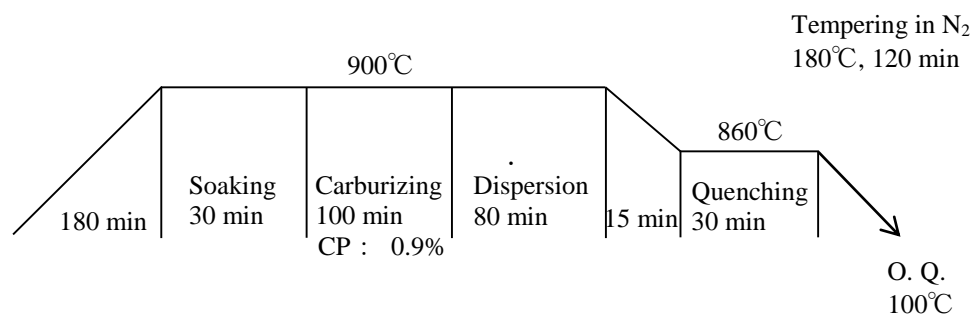
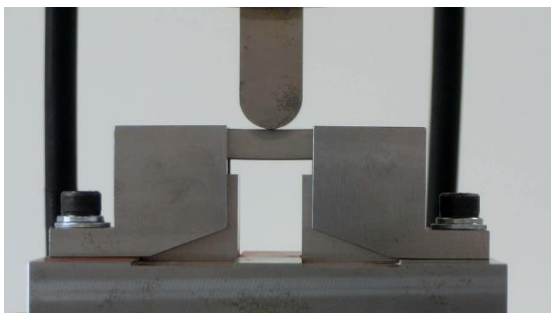


Fig. 3.2-1 Heat profile of gas carburizing.

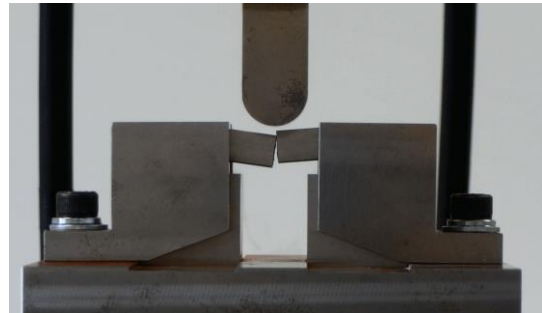
Fig. 3.2-2 に 3 点曲げ強度試験の様子を示す。強度試験は、上記試験片を用い、二点支持の治具に水平に設置し、油圧サーボ式疲労試験機（島津製作所製 EHF-EM100kN/1kNm）により静的曲げ荷重を負荷した。試験条件は、支点半径 5 mm，支点間距離 40 mm，クロスヘッド速度 2 mm/min とし、一次焼結材，冷間鍛造材，最終熱処理材に対してそれぞれ調査した。



(a) Material tester (Shimadzu EHF-EM100kN/1kNm).



(b) Under testing.



(c) After breaking.

Fig. 3.2-2 General views of 3-point bending test.

3.2.2 結果および考察

3.2.2.1 一次焼結材の曲げ強度特性

Fig. 3.2-3 に $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ の一次焼結材の 3 点曲げ強度試験結果を示す。曲げ強度 (σ_b) は、ひずみが約 4% 以上で材料力学による理論式 $\sigma_b = M/I_z$ (M : 曲げモーメント, I_z : 断面二次モーメント) が成立しなくなり、絶対値としての信頼性がなくなる^{3.13)}。本研究の範囲では、ひずみ: $\varepsilon = 6h\delta/l^2$ (h : 試料高さ, δ : 曲げたわみ, l : 支点間距離) で計算した場合、最大 9% となるが相対比較を目的とし、破断荷重から理論式を用いて最大曲げ応力を計算した。

図から、PS 温度を上げるにつれ、 σ_b も緩やかに上昇するが、PS 時間 90 min であれば σ_b は 1100°C で飽和することがわかる。PS 時間 20 min では PS 温度全域で曲げ強度が明らかに低いが、60 min および 90 min では強度に大きな差はないことがわかる。これは、第 2 章で述べたように、PS 時間の増加は塑性変形能の向上に有効であるが、60 min 以上であれば、静的強度に及ぼす影響は小さいことを示している。

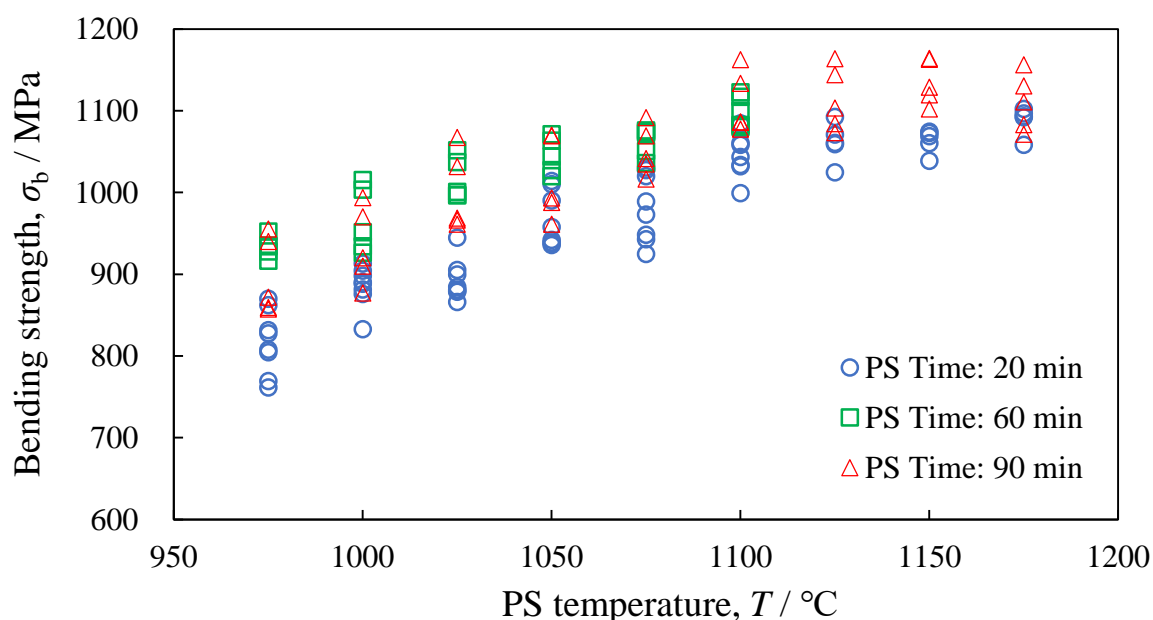


Fig. 3.2-3 Bending strength of PS specimens ($\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$).

3.2.2.2 冷間鍛造材の曲げ強度特性

Fig. 3.2-4 に、 $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ の一次焼結材を鍛造したものの曲げ強度(σ_b)を示す。図より、若干だが冷間鍛造荷重の増加に伴う σ_b の増加傾向が認められる。天野および中川らは、冷間鍛造荷重の増加に伴う高密度化が進むと加工硬化の影響で衝撃値が下がり、強度が上がることを示している^{3.4, 3.5)}。よって、鍛造荷重の増加に伴い強度が緩やかに上昇する本研究の結果は一見妥当であるが、後述する Fig. 3.3-11 に示す冷間鍛造材のシャルピー衝撃試験における、鍛造荷重の増加に伴い初め衝撃値は増加傾向を示し、途中から低下傾向となる結果とは明らかに異なる。これは、加工硬化の影響に隠れている金属組織のミクロレベルの損傷の影響が静的な曲げ強度試験では表出しにくく、動的なシャルピー衝撃試験では顕著に現れるためと推測する。すなわち、破壊様式は同じ曲げであるが、ひずみ速度の高い衝撃荷重を与えるシャルピー衝撃試験では素材のき裂感受性が強調される傾向にあるため、通常の観察では確認が困難な金属組織の微細な損傷が検知でき、ひずみ速度の低い静的荷重を与える曲げ試験では素材全体の平均的強度が支配的であるため、微細な損傷は検知できないと考えられる。

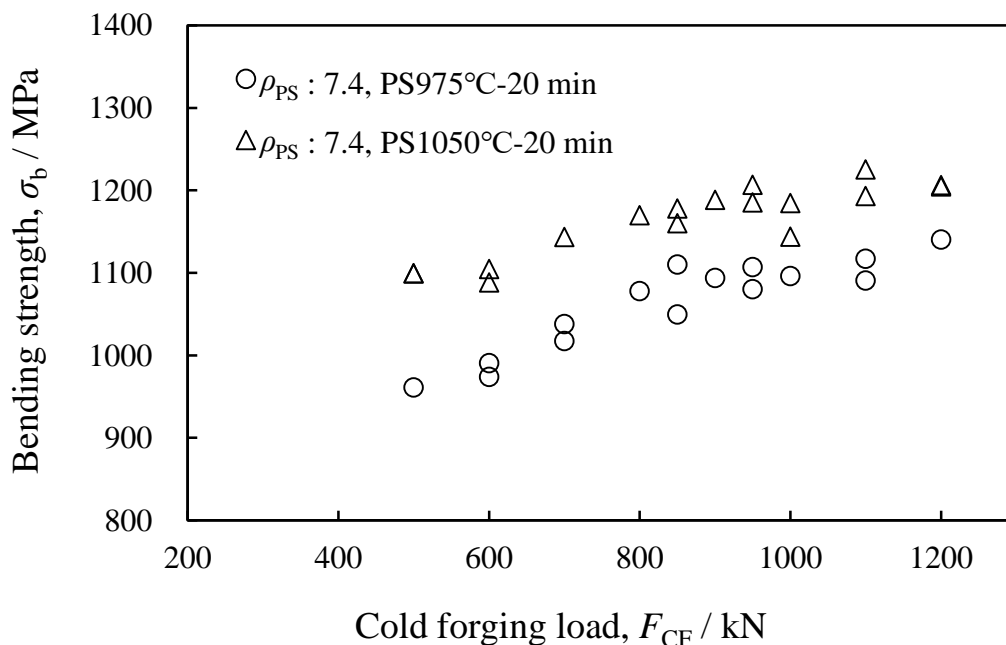


Fig. 3.2-4 Bending strength of sintered and cold-forged (PS-CF) specimens.

3.2.2.3 最終熱処理材の曲げ強度特性

Fig. 3.2-5 に $\rho_{PS}=7.4 \text{ Mg/m}^3$, PS 時間 20 min で PS 温度を変えた場合の PS-CF-GC 材について, 鍛造荷重(F_{CF})と曲げ強度(σ_b)の関係を示す. 図から, 全ての PS 条件において PS 温度に関係なく CF 荷重が 800 kN を超えると σ_b が急落することがわかる. これは, 後述する Fig. 3.3-11 に示す PS-CF 材のシャルピー衝撃値の減少および衝撃波形の縮小が認められた鍛造荷重 800 kN 以上で, 金属組織に発生したマイクロレベルの損傷が熱処理後も引き継がれていると考えられる.

また, 更なる CF 荷重の増加すなわち高密度化に伴い, ばらつきながらも強度が回復していく傾向が認められ, 特に PS 温度 1050~1075°C は比較的安定した強度回復を示している. よって, CF による粒子間接触面積の増加が最終熱処理(GC)による拡散を促進し素材強度を上げたと推測する.

Fig. 3.2-6 に, $\rho_{PS}=6.8 \text{ Mg/m}^3$ および 7.2 Mg/m^3 の一次焼結材について, $\rho_{PS}=7.4 \text{ Mg/m}^3$ 同様に CF および GC 熱処理をし, その σ_b を調査した結果を示す. 図から, 900 kN 以上で σ_b の急落が認められるが, CF 荷重を更に上げ高密度化した上での熱処理による

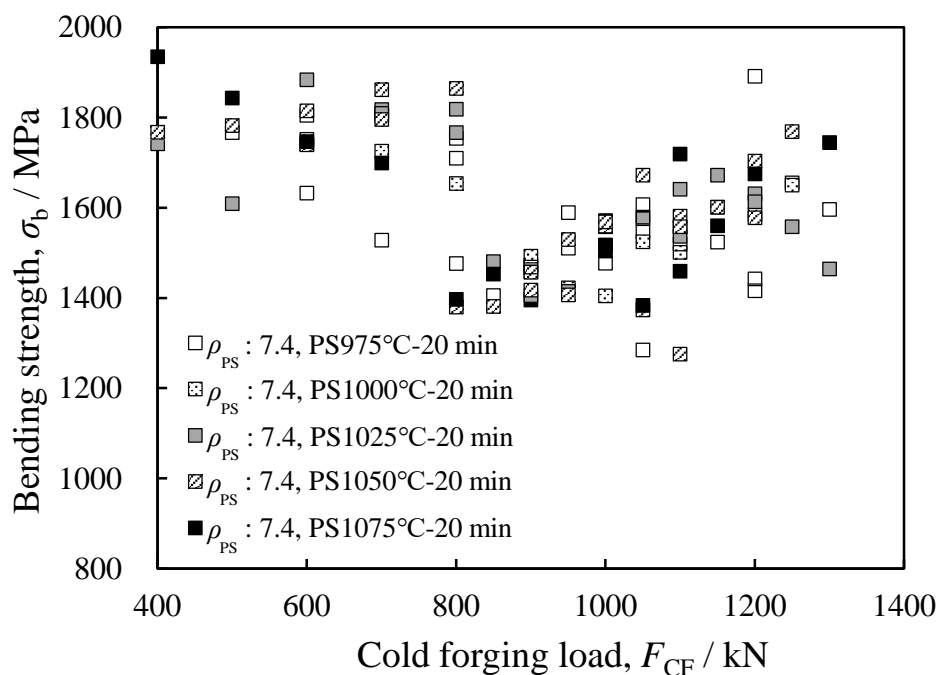


Fig. 3.2-5 Bending strength of PS-CF-GC specimens ($\rho_{PS}: 7.4 \text{ Mg/m}^3$).

強度回復は $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ よりやや少ないことがわかる。これは第2章で示したように、初期密度である ρ_{PS} が低いと CF 後の限界(飽和)密度も低くなり、その結果、熱処理による強度回復効果が低くなることを示唆している。

Fig. 3.2-5 と Fig.3.2-6 を併せて、横軸を CF 荷重から熱処理後密度 $\rho_{HT} (\doteq \rho_{CF})$ に置き換えた場合の σ_b と ρ_{HT} の関係を Fig. 3.2-7 に示す。図から、 ρ_{PS} および PS 温度に関係なく、 ρ_{HT} が 7.70 Mg/m^3 までは高密度化に伴い σ_b が向上するが、 ρ_{HT} がおよそ $7.70 \sim 7.76 \text{ Mg/m}^3$ (密度比 : $97.8 \sim 98.5\%$) で σ_b が低下しているものが多いとわかる。また、更なる高密度化で σ_b の回復傾向も一部確認できるが、各 PS 温度における $\rho_{HT} = 7.8 \text{ Mg/m}^3$ 以上の σ_b も不安定であることがわかる。

Fig. 3.2-8 に $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$, PS 時間 60 min の場合の σ_b と CF 荷重の関係を示す。図から、CF 荷重 700~900 kN で σ_b が低下し、更に CF 荷重を増すと強度回復する傾向が認められる。また、PS 温度 1000°C , CF 荷重 1200 kN の場合、極めて高い回復を示している。ここで、Fig. 3.2-8 の横軸を ρ_{HT} でプロットし直したものを Fig. 3.2-9 に

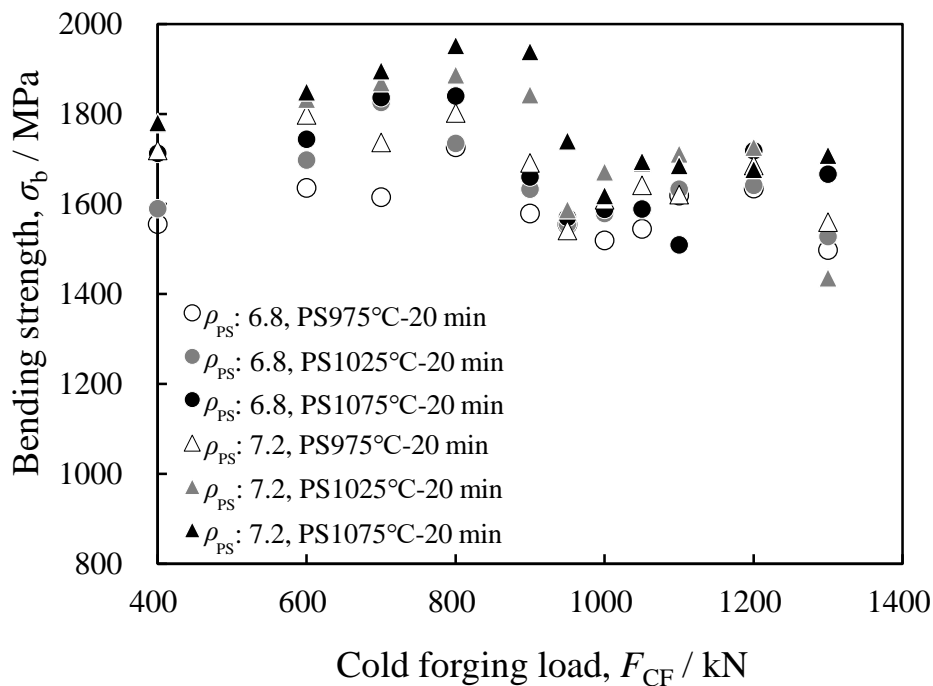


Fig. 3.2-6 Bending strength of PS-CF-GC specimens (ρ_{PS} : 6.8 Mg/m^3 and 7.2 Mg/m^3).

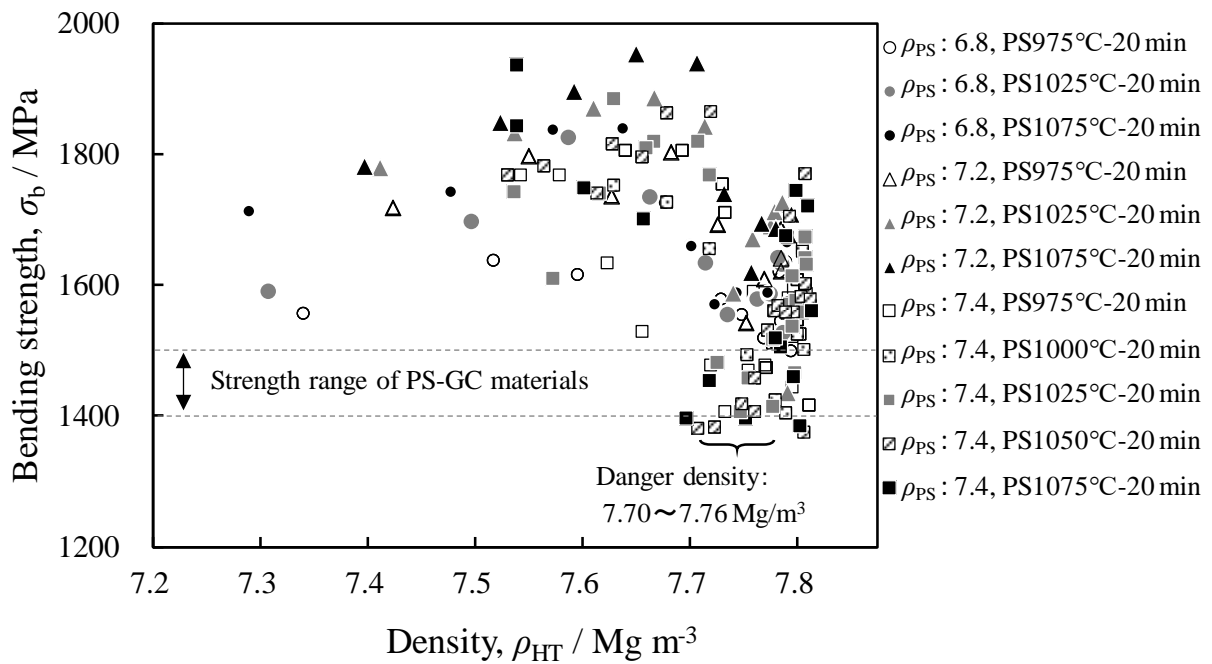


Fig. 3.2-7 Relationship between bending strength and heat treated density ρ_{HT} for PS-CF-GC specimens ($\rho_{PS}: 6.8 \sim 7.4 \text{ Mg/m}^3$).

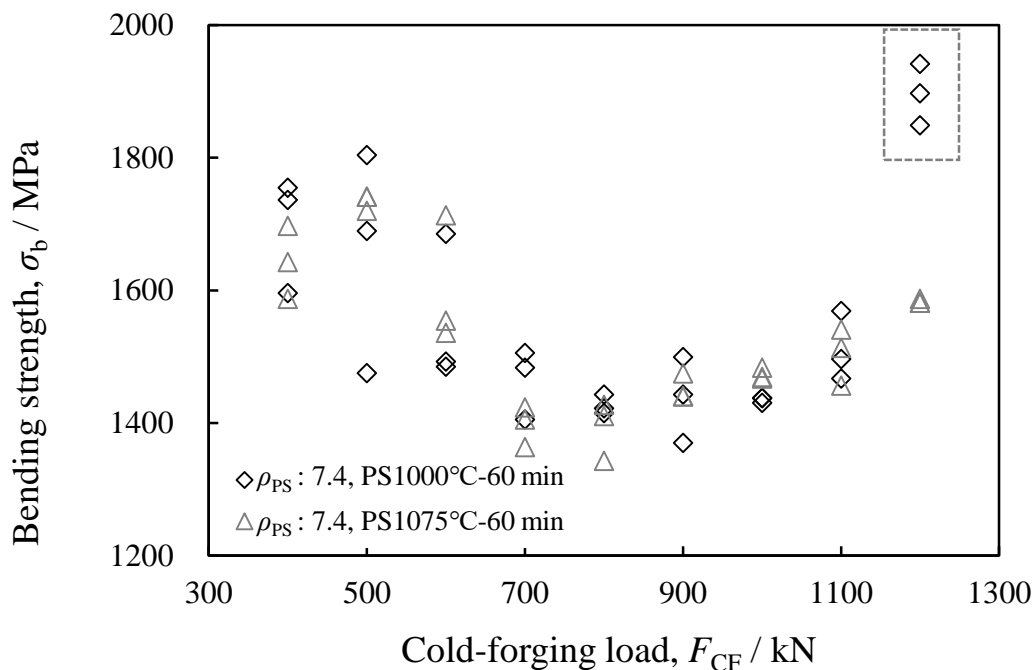


Fig. 3.2-8 Bending strength of PS-CF-GC specimens ($\rho_{PS}: 7.4 \text{ Mg/m}^3$, PS time: 60 min).

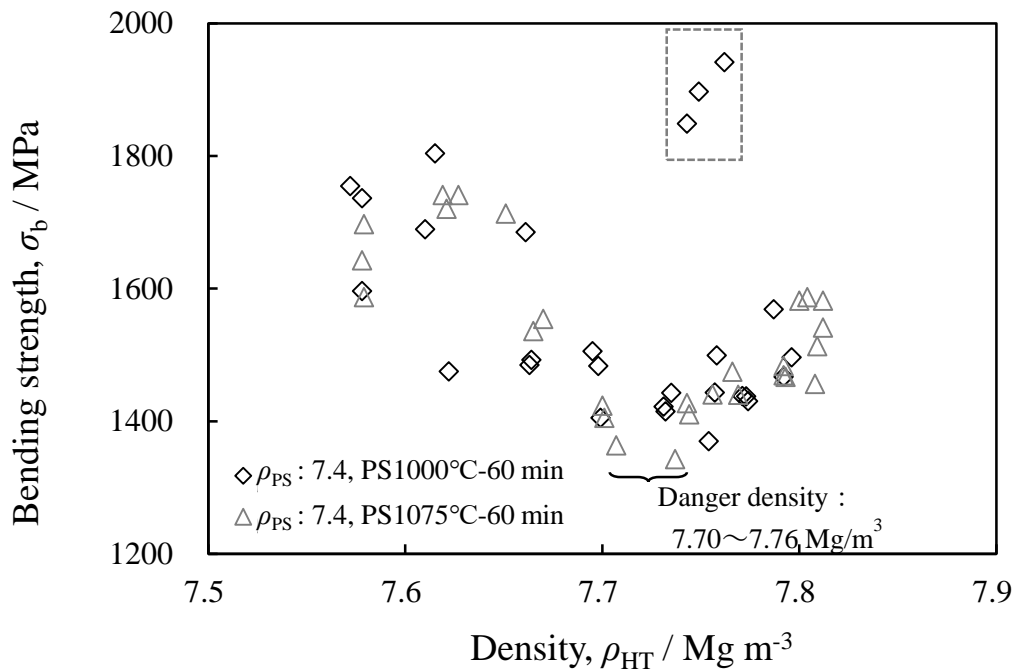


Fig. 3.2-9 Relationship between bending strength and heat treated density ρ_{HT} for PS-CF-GC specimens (ρ_{PS} : 7.4 Mg/m³, PS time: 60 min).

示す。図から、 ρ_{HT} がおよそ 7.70~7.76 Mg/m³ (密度比 : 97.8~98.5%)で低い σ_b となるのは、PS 時間が 20 min のときと同様である。この密度域は、熱処理で金属組織の損傷の無効化ができない危険域と考えられる。また、Fig. 3.2-8 で σ_b が最も優れている ρ_{PS} = 7.4 Mg/m³, PS 条件 1000°C, 60 min に鍛造荷重 1200 kN を負荷した 3 点(点線四角枠)について、Fig. 3.2-9 でその密度を確認すると最高密度ではないことがわかる。これは、本研究の焼結冷間鍛造法および熱処理の場合、最高密度が必ずしも最高の曲げ強度を実現するのではないことを示している。それでも、全体的にみると PS 時間が 20 min でも 60 min でも高密度化後の熱処理による強度向上の可能性が示唆される。

ここで、これまで繰り返し提言してきた金属組織の損傷について述べる。Fig. 3.2-10(a)~(d)に熱処理材の強度低下を起こしている鍛造荷重 950 kN およびその前後の鍛造荷重 600, 800, 1200 kN で冷間鍛造したままの表層域断面の金属組織を Ar イオン研磨し、SEM で観察した結果を示す。

Fig. 3.2-10 (a)の CF 荷重 600 kN では、気孔サイズも大きく、高密度化途上である

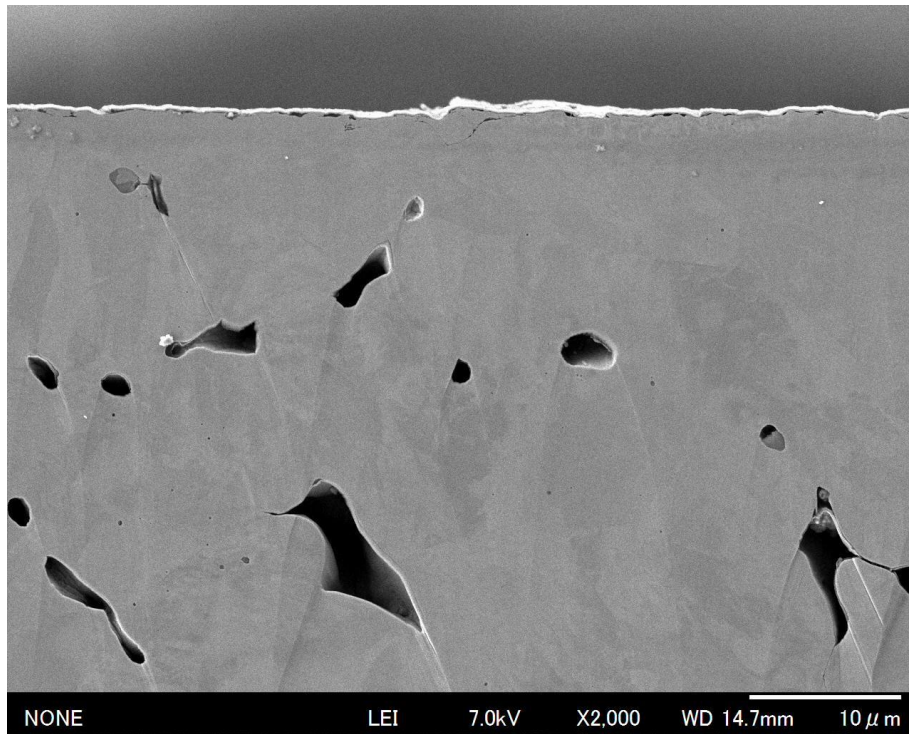
が、気孔周辺の組織は平滑で異常は認められない。

Fig. 3.2-10 (b)の CF 荷重 800 kN では、かなり高密度化が進み、粒界三重点として残留している気孔も認められる。

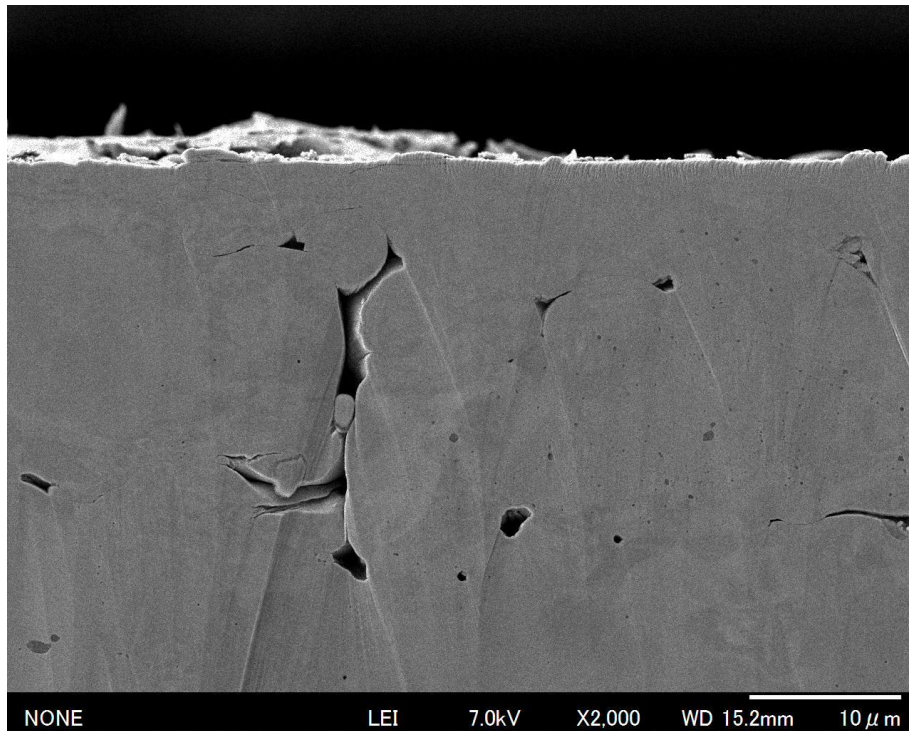
Fig. 3.2-10 (c)の CF 荷重 950 kN では、800 kN でも認められた粒界三重点の気孔が残り、極めて高密度化されていることがわかる。しかし、表層域全域にわたって、この気孔から粒界に沿って微細なき裂が走っていることがわかる。これが熱処理後も残留し、曲げ強度を低下させていると考えられる。この極微細な粒界き裂は通常の顕微鏡によるマクロ観察や、従来の機械研磨、バフ研磨およびエッチングによるミクロ組織観察では確認することが困難である。

Fig. 3.2-10 (d)の CF 荷重 1200 kN では、図の中央やや右と右端に僅かに微細き裂が残っているが、殆ど気孔が認められない。これは図(c)のようにき裂発生後、更に高い鍛造荷重を負荷することにより、殆どのき裂が観察困難になるほど圧接された状態になり、僅かに残ったき裂が熱処理材の強度のばらつき要素となっていると考えられる。

このような微細き裂の発生すなわち金属組織の損傷が CF 材の曲げ強度では確認できず、最終熱処理材の曲げ強度に表れることが明らかとなった。一般的な工程条件で、この金属組織の損傷が起きることは不可避のため、最も拡散効率のよい高密度素材の最終熱処理による改質で、金属組織中の微細き裂の消失を図ることが最終的に優れた機械的特性を得ることにつながると考える。

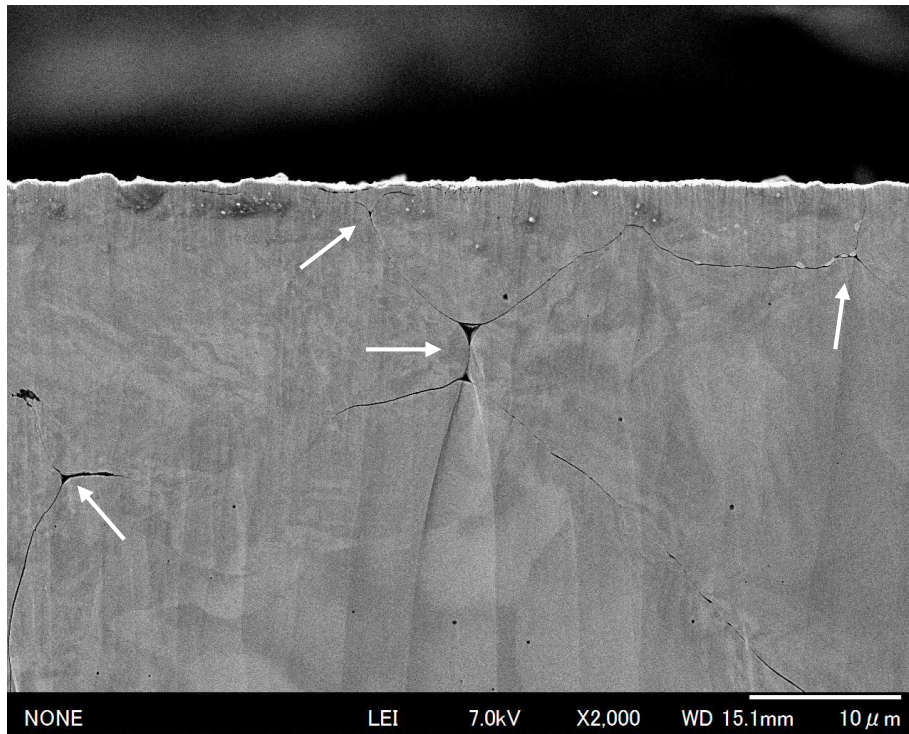


(a) CF load: 600 kN.

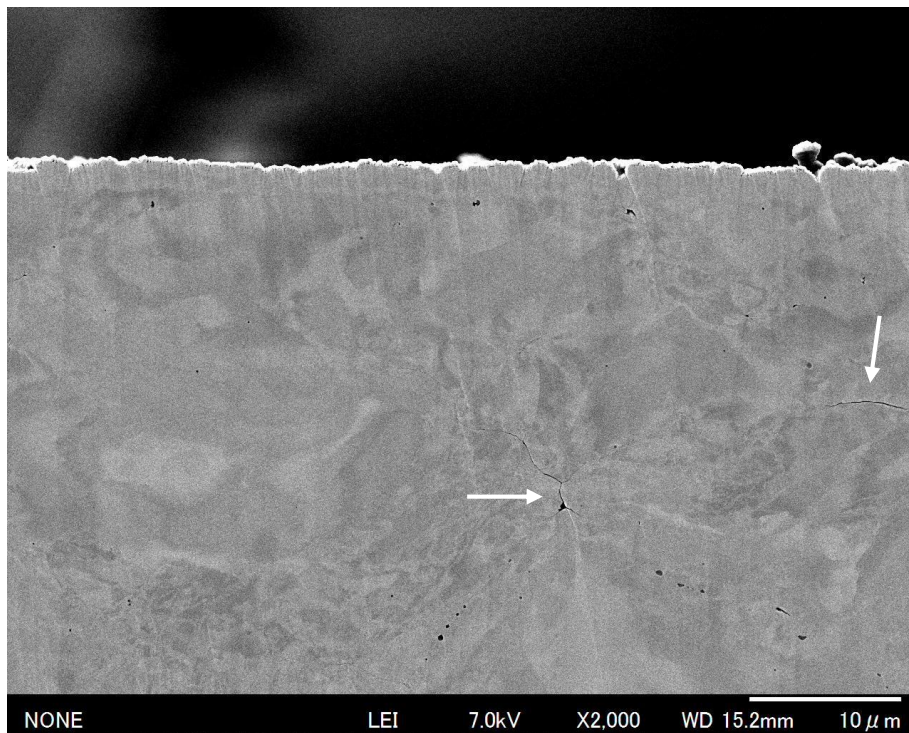


(b) CF load: 800 kN.

Fig. 3.2-10 Back-scattered electron images of cross section of surface layers after cold forging (ρ_{PS} : 7.4 Mg/m³, PS conditions: 1050°C, 20 min).



(c) CF load: 950 kN.



(d) CF load: 1200 kN.

Fig. 3.2-10 Back-scattered electron images of cross section of surface layers after cold forging (ρ_{PS} : 7.4 Mg/m³, PS conditions: 1050°C, 20 min).

3.3 衝撃特性におよぼす一次焼結および冷間鍛造の影響調査

3.3.1 供試材および実験方法

第2章と同様に、Mo系部分拡散合金粉を用いて、フローティングダイ法による370～980 MPa加圧での成形(Compacting)、加熱温度975～1075℃での一次焼結(Primary Sintering: PS)、荷重400～1200 kNでの冷間鍛造(Cold Forging: CF)を実施した。各工程後の試験片として高靱性のものから低靱性のものまで幅広く扱うため、寸法が幅10 mm×長さ55 mmで高さ約10 mmのノッチなしシャルピー衝撃試験片とした。試験片の平均密度も、第2章と同様に試料全体の密度を水浸法(アルキメデス法)で測定した。試験片には主に2種類のPS時間(20 min, 60 min)を設定し、一次焼結および冷間鍛造がシャルピー衝撃特性に及ぼす影響を調査した。

シャルピー衝撃試験は2種類の試験機を用いて行った。衝撃値のみの測定の場合、500 J型シャルピー衝撃試験機(東京衡機試験機製 IC-50)を用い、衝撃波形が必要で衝撃値が300 J以内の場合、300 J型計装化シャルピー衝撃試験機(東京衡機試験機製 CIEM-300D)を用いた。シャルピー衝撃試験において、試験片破断に要する吸収エネルギーすなわち衝撃値(E [J])は、

$$E = MR (\cos \beta - \cos \alpha) - E_0 \quad (3.3.1)$$

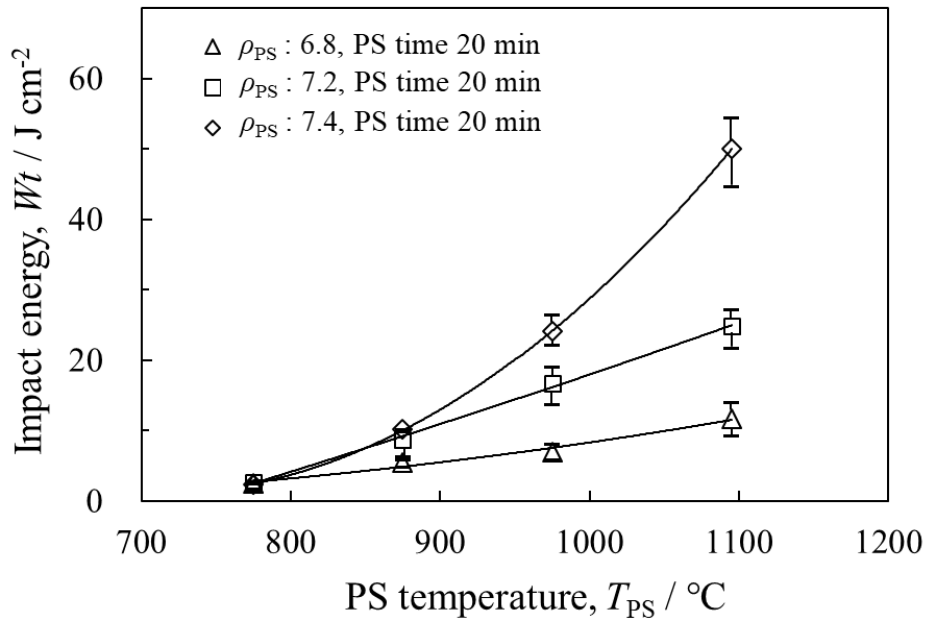
である^{3,14)}。ここで、 α :振り子の持上げ角度 [deg], β :振り子の振上り角度 [deg], M :ハンマの重量 [N], R :回転中心から重心までの距離 [m], E_0 :摩擦および空気抵抗項($\neq 0$)である。試験は、 α, β, M, R に装置固有の規定値を用い、支点間距離40 mm, 打撃速度約5 m/sで実施した。300 J型計装化シャルピー衝撃試験機により取得した衝撃波形は、同じPS条件1075℃, 60 minで各3回計測し、衝撃荷重-時間曲線の形状を確認の上、平均的なものを評価に用いた。試験片の観察には光学顕微鏡(Optical Microscope: OM)および走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM)を用いた。

3.3.2 結果および考察

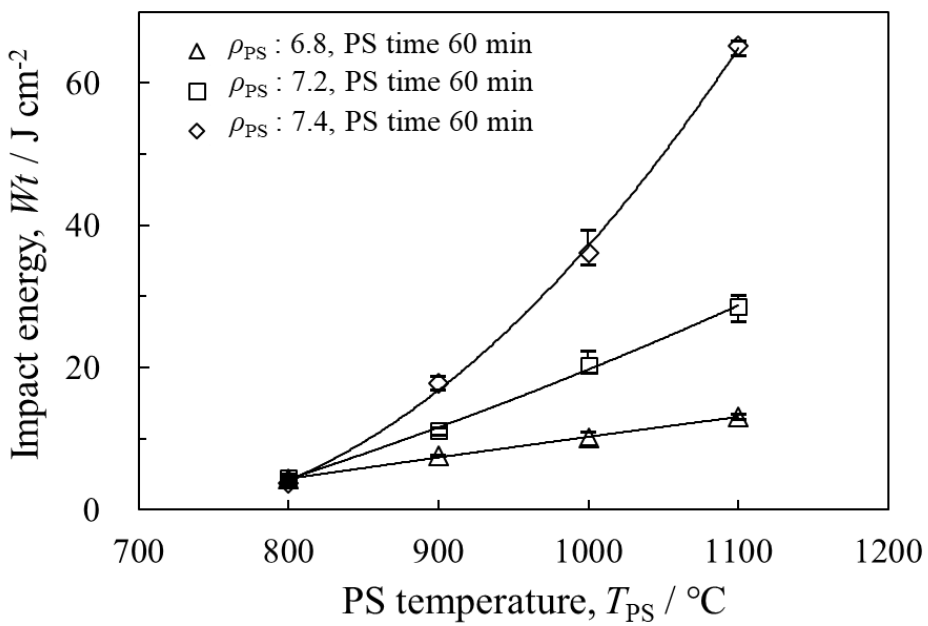
3.3.2.1 一次焼結材のシャルピー衝撃特性

(1) 全衝撃エネルギーについての検討

Fig. 3.3-1 にシャルピー衝撃値に及ぼす密度および一次焼結(PS)条件の影響を示す.



(a) PS time: 20 min.



(b) PS time: 60 min.

Fig. 3.3-1 Results of Charpy impact test under various PS conditions.

ここで、原料粉の重量を一定としているため、試験片の高さは、圧粉体の密度が低ければ高くなり、密度が高ければ低くなる。後に異なる鍛造荷重で冷間鍛造することから、様々な高さの試験片が用意される。よって、寸法差があっても相対評価できるよう、衝撃値は簡易的に E [J] を断面積で割った旧 JIS 形式 Wt [J/cm²] とした。

図(a)および(b)から、PS 時間一定で、PS 温度をおよそ 800°C から 1100°C まで上昇させた場合、 ρ_{PS} によらずシャルピー衝撃値は増加することがわかる。特に ρ_{PS} が高くなるほど、衝撃値は指数関数的に増加する傾向を示す。黒木らは鉄粉の焼結条件を 1100 ~ 1300°C、60 min に固定し、密度を増加させた場合、衝撃値が指数関数的に増加する傾向を示している^{3.15) - 3.17)}。また、素材内部の元素拡散距離は温度と時間の関数であり、高田らは、0.25 ~ 0.35 mass% C の焼結鋼で焼結温度を 50°C 上げることと焼結時間を 2 倍にすることは同程度の拡散促進効果であることを示している^{3.18)}。 ρ_{PS} が 7.4 Mg/m³ の場合における PS 時間 20 min および PS 時間 60 min での衝撃値を比較すると、同等の衝撃値と推定されるのは焼結条件 1100°C、20 min と 1050°C、60 min、そして 1050°C、20 min と 1000°C、60 min といったように、約 50°C の PS 温度の昇温が PS 時間を約 1/3 にする効果があると予測できる。これは、焼結条件による効果が拡散距離と衝撃値で異なることを示唆している。

ここで、図(a)および(b)の PS 条件 975°C 以上のデータを用いて、第 2 章で述べた素材中の焼結を支配していると考えられる γ -Fe の自己拡散による体拡散距離 (d)

$$d = \sqrt{2D_v \cdot t} \quad \dots (3.3.2)$$

$$D_v = D_{v0} \cdot \exp(-Q_v/RT) \quad \dots (3.3.3)$$

と Wt をプロットしたものを Fig. 3.3-2 に示す。ここで、 D_v は体拡散係数、 D_{v0} ($=0.84 \times 10^{-4}$ [m²/s]) は γ -Fe の体拡散における自己拡散係数^{3.19)}、 Q_v ($=291.3$ [kJ/mol]) は γ -Fe の体拡散における活性化エネルギー^{3.19)}、 R は気体定数 ($=8.314$ [J/(mol · K)]), T は絶対温度 [K], t は時間 [s] を表す。近似式を求めると、 Wt と d の間には密度ごとに式(3.3.4) ~ (3.3.6) に示す対数式が成立し、本研究における PS 条件では、 γ -Fe の体拡散距離での衝撃値評価が可能であることがわかる。

$$Wt_{\rho_{PS}6.8} = 3.42 \cdot \ln d + 34.3 \quad \dots (3.3.4)$$

$$Wt_{\rho_{PS}7.2} = 6.67 \cdot \ln d + 69.0 \quad \dots (3.3.5)$$

$$Wt_{\rho_{PS}7.4} = 22.8 \cdot \ln d + 202.6 \quad \dots (3.3.6)$$

ただし、図で $d = 0.36$ (PS 条件 975°C , 20 min) の場合、密度よりも焼結が不十分な金属組織の影響が大きいと考えられ、対数関係式のフィッティングはやや悪くなる。

このように体拡散則が適用できるということは、成形により Fe 粒子が接触し合っているため、温度および時間の組合せ条件で焼結促進度合が決定されることを意味する。しかし、低密度になる程、Fe 粒子間接触面積が少なく体拡散が制限され、表面拡散および粒界拡散が支配的となり焼結ネックは弱い状態となる。更に Fig. 3.3-3 に示すように焼結ネックは応力集中しやすい形状のため、容易に過大荷重が作用し衝撃値が上がりにくくなると考えられる。よって、 ρ_{PS} および PS 温度を高くすることで効果的な強靱化が可能とみられる。また、式(3.3.6)から $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ において衝撃値が最高レベルの約 60 J/cm^2 以上となる PS 条件は 1100°C , 20 min および 1050°C , 60 min である。第 2 章の Table 2.2-3 に示したように、PS 時間 20 min の場合、心部硬さは 1050°C 以上で飽和すると考えられるので、更に拡散が進んでいる両条件では心部までより確実に焼結されている状態と考えられる。

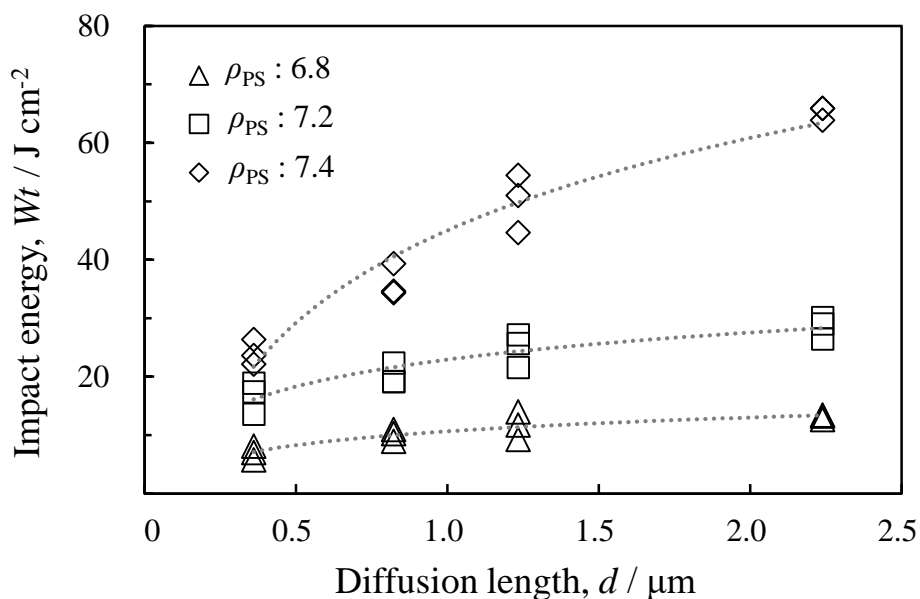


Fig. 3.3-2 Relationship between volume diffusion length and Charpy impact energy.

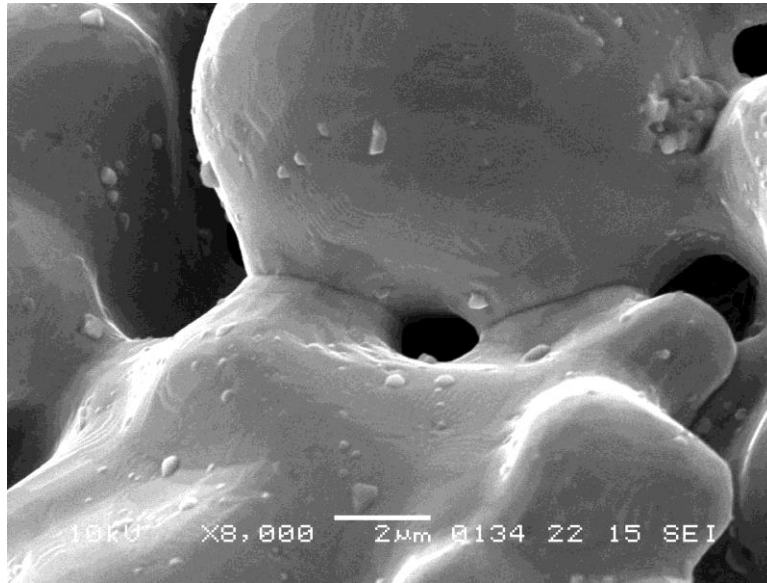
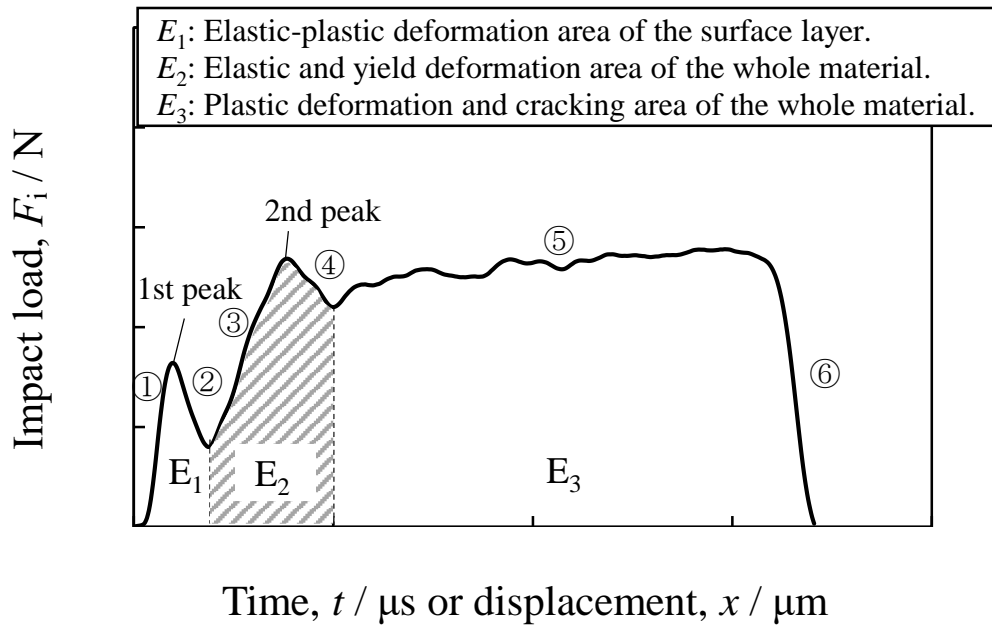


Fig. 3.3-3 Example image of sintering necks (PS conditions: 1050°C, 60 min).

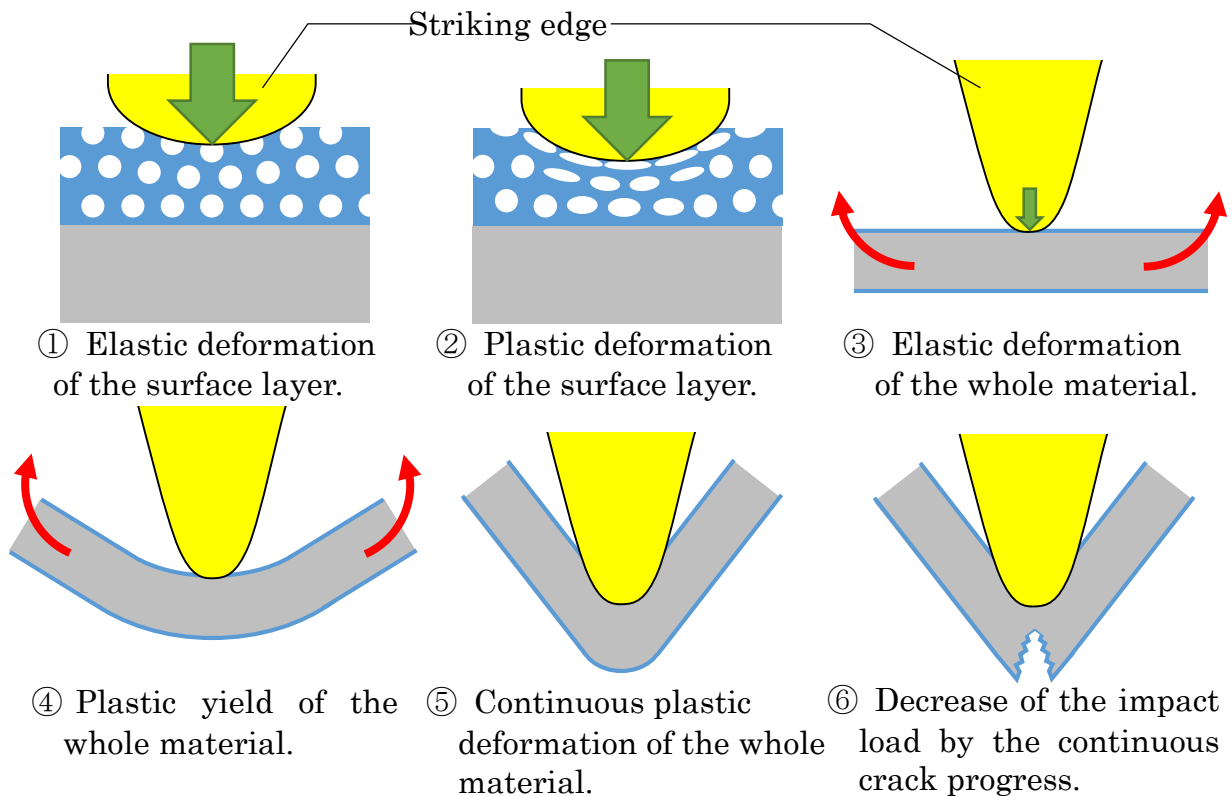
(2) 計装化シャルピー衝撃波形についての検討

Fig. 3.3-4 (a) に計装化シャルピー衝撃試験で得られた一次焼結体の典型的な衝撃波形を示す. 詳細は後述するが, 第一ピーク(1st peak)を含む領域を E_1 , 第二ピーク(2nd peak)を含む領域を E_2 , 残部を E_3 とし, 各過程を①～⑥と定義した.

本研究の範囲では, ρ_{PS} によらず全ての PS 条件でこのような二つのピークが存在する特徴的な衝撃波形となった. これは溶製材の場合に一般に言われている, 衝撃刃(Striking edge)と試験片間の衝撃力の相互作用によって生じる振動が信号に重乗し現れる重乗波(ノコギリ波)^{3.20)}とは異なり, 本研究のような純鉄系焼結材に特徴的な波形と考える. JIS 等での計装化シャルピー衝撃データの処理は, 衝撃作用時間は 2 回積分で変位に換算でき, 衝撃波形初期の重乗波を平滑化处理し, その変曲点を降伏衝撃力 F_{gy} と定義するのが一般的である^{3.21,3.22)}. 坂之上らは, 炭素鋼のノッチ付きシャルピー衝撃試験片を用いて, 1) 荷重が加わることでノッチ近傍の弾性限まで変形, 2) 荷重増加に伴い, ノッチ底では塑性変形が始まり, 塑性変形域の外側では弾性限まで変形が増大, 3) 塑性限を越えたノッチ底からき裂が発生し, き裂の伝播が始まると述べている^{3.23)}.



(a) A typical impact load profile of a sintered iron.



(b) Schematic of impact processes.

Fig. 3.3-4 Impact waveform and processes of instrumented Charpy impact test.

本研究では、 E_1 および E_2 は焼結条件によって有意に変動するため、平滑化してよいデータと考えず、坂之上らの解釈を参考に衝撃荷重曲線を三分割し考察した。

Fig. 3.3-4 (b) に、衝撃波形における各過程①～⑥の概念図を示す。図から、第一ピーク(1st peak)に至る前半の領域①を表層域多孔質体の弾性変形域での吸収エネルギー、1st peak から後半の領域②の衝撃荷重下降現象は表層域の気孔潰れ、すなわち塑性変形による衝撃荷重の緩和を意味すると考え、この表層域の吸収エネルギーを E_1 (Elastic-plastic deformation area of the surface layer)とした。塑性変形による表層域の高密度化が進みながら、領域③の素材全体として弾性変形状態となることで衝撃荷重が上昇する。そして、第二ピーク(2nd peak)である素材全体としての弾性限界から、領域④の擬似降伏域に入り、不連続的な塑性変形を生じ荷重が低下する範囲の吸収エネルギーを E_2 (Elastic and yield deformation area of the whole material)とした。以降の残部として、領域⑤における素材全体の連続的な塑性変形から、領域⑥までのき裂発生および成長過程の吸収エネルギー E_3 (Plastic deformation and cracking area of the whole material)とした。以上から、シャルピー衝撃値に相当する全衝撃エネルギー(Wt)を

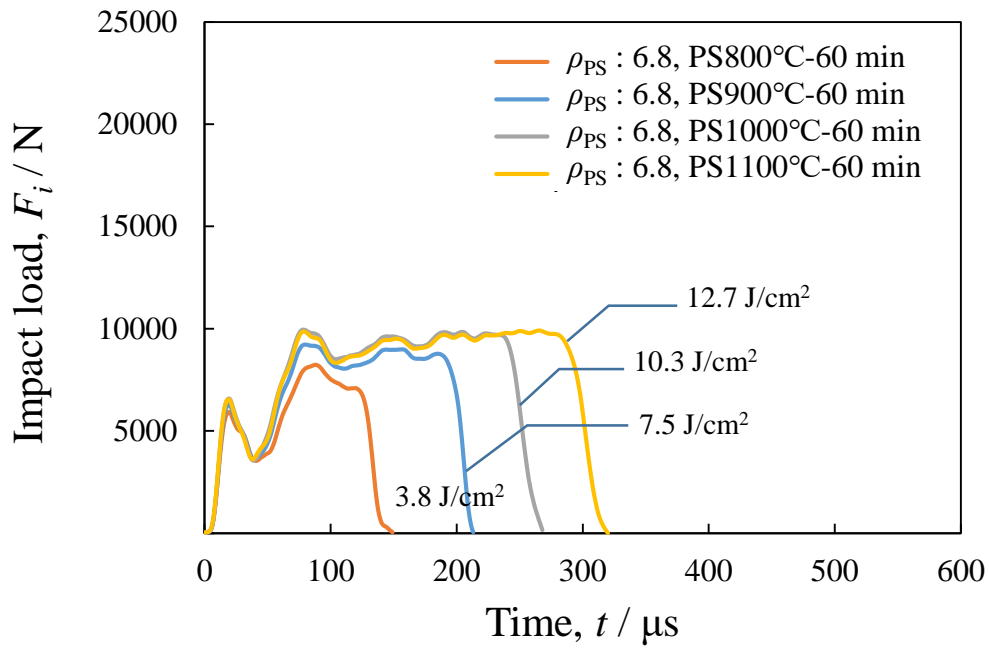
$$Wt = (E_1 + E_2 + E_3) / A_0 \quad \dots (3.3.7)$$

とした。ここで A_0 [cm^2]は試験片の初期断面積である。

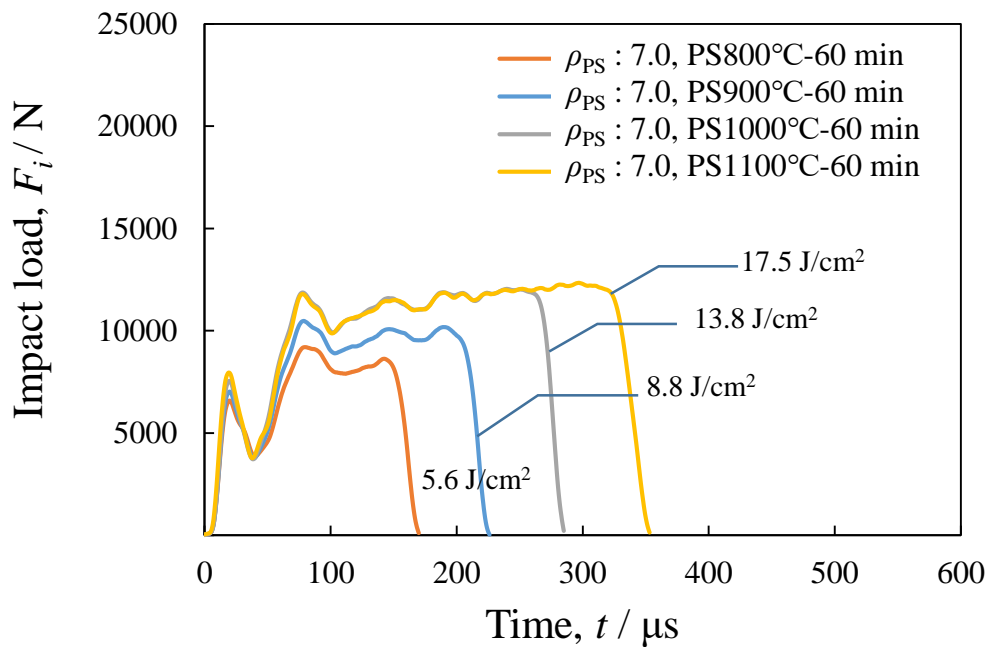
Fig. 3.3-5 (a)～(e) に PS 条件および ρ_{PS} を変化させた場合のシャルピー衝撃試験結果を示す。図に各波形の Wt も併記した。PS 時間は主に 60 min を、比較用に 180 min についても調査した。

Fig. 3.3-5 (a)～(d) は、PS 時間を 60 min で固定し PS 温度を変化させた時の $\rho_{\text{PS}} = 6.8 \sim 7.4 \text{ M/m}^3$ についての衝撃波形である。各図から、PS 温度が高くなるにつれて E_1 域および E_2 域の各ピーク荷重も増加し、特に PS 温度が 1000°C で E_1 域および E_2 域の各ピーク荷重が飽和することがわかる。また、 E_1 域の 1st peak および E_2 域の 2nd peak として現れる極大荷重は ρ_{PS} が高いほど、相対的に高くなる傾向にあり、1st peak および 2nd peak の飽和後、 E_3 域の衝撃作用時間の増加が衝撃値の増加を支配する傾向が共通してみられる。

Fig. 3.3-5 (e) は、限界衝撃値すなわち実用的な拡散限界の確認のため、 $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ 、PS 条件 1100°C 、 180 min に固定した場合の試験結果である。Fig. 3.3-5 (d)および Fig. 3.3-5 (e)から、データにばらつきはあるが、 1100°C 、 180 min で焼結しても、 1100°C 、 60 min 焼結から衝撃値が特段向上する訳ではなく、一次焼結体の限界衝撃値が 60 J/cm^2 程度であることがわかる。

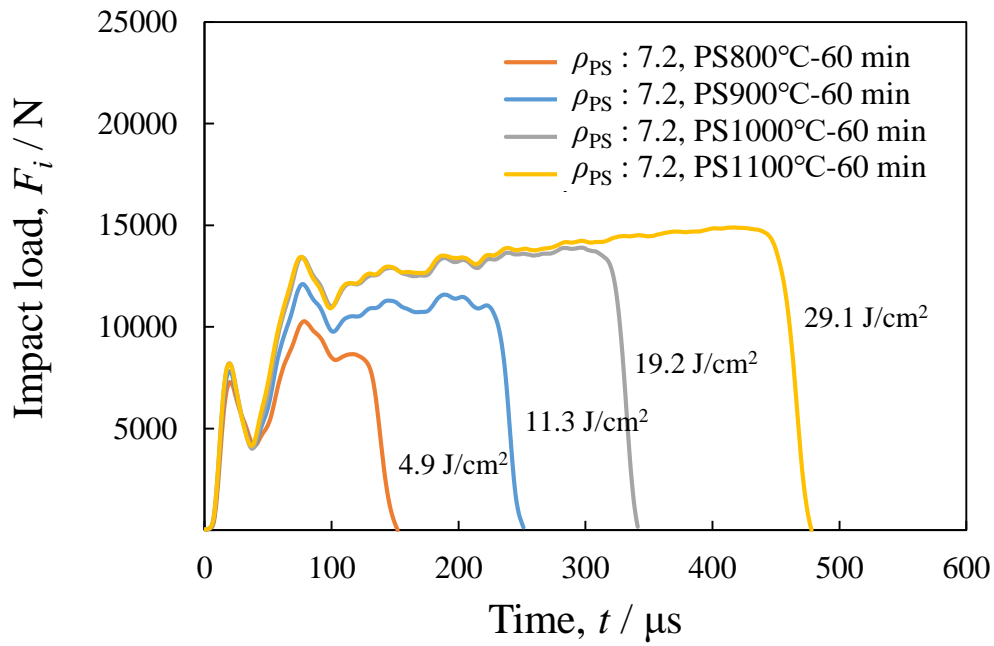


(a) $\rho_{PS} : 6.8 \text{ Mg/m}^3$, PS time: 60 min.

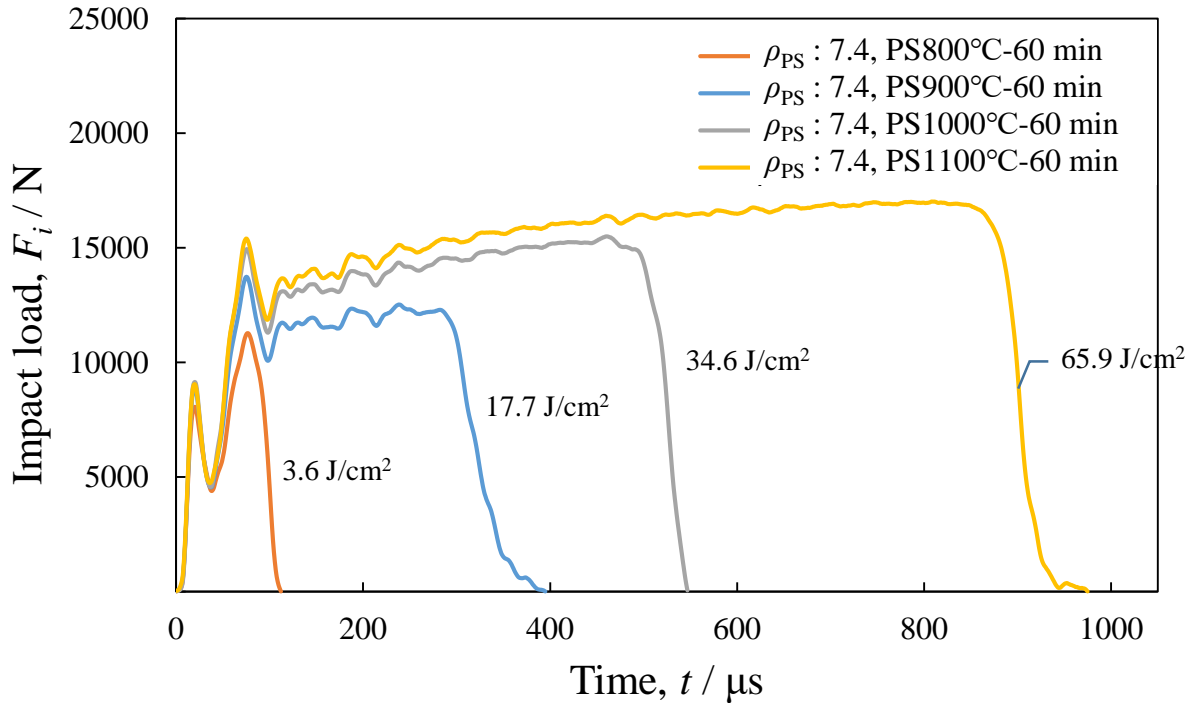


(b) $\rho_{PS} : 7.0 \text{ Mg/m}^3$, PS time: 60 min.

Fig. 3.3-5 Impact load profiles used instrumental charpy impact bend tester.

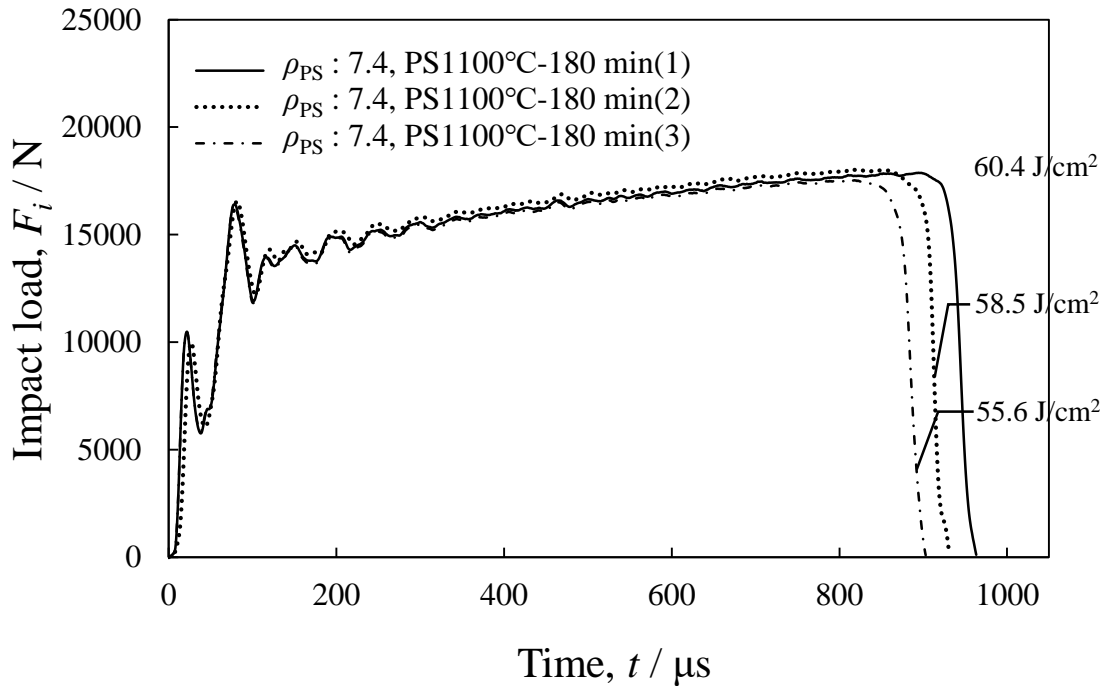


(c) $\rho_{PS} : 7.2 \text{ Mg/m}^3$, PS time: 60 min.



(d) $\rho_{PS} : 7.4 \text{ Mg/m}^3$, PS time: 60 min.

Fig. 3.3-5 Impact load profiles used instrumental charpy impact bend tester.



(e) $\rho_{PS} : 7.4 \text{ Mg/m}^3$, PS conditions: 1100°C , 180 min.

Fig. 3.3-5 Impact load profiles used instrumental Charpy impact bend tester.

ここで、PS 時間 60 min の場合の、 E_1 領域の 1st peak および E_2 領域の 2nd peak までの各衝撃作用時間について Table 3.3-1 および 3.3-2 にそれぞれ示す。

Table 3.3-1 から、 ρ_{PS} および PS 温度に関係なく、1st peak までの衝撃作用時間はほぼ一定の 19~20 μs であることがわかる。

Table 3.3-2 からは、 ρ_{PS} が増加するほど、また PS 温度が上昇するほど、1st peak から 2nd peak までの時間が減少する傾向が見られる。これは、初期密度である ρ_{PS} が低いほどおよび PS 温度が低いほど、1st peak から 2nd peak までの気孔の塑性変形すなわち表層域の高密度化に時間を要するためと考えられる。

また、Table 3.3-2 より、計測波形で 1st peak から 2nd peak までの衝撃作用時間は、 $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ で 55~56 μs 、 $\rho_{PS} = 7.2 \text{ Mg/m}^3$ で 56~58 μs 、 $\rho_{PS} = 7.0 \text{ Mg/m}^3$ で 58~60 μs 、 $\rho_{PS} = 6.8 \text{ Mg/m}^3$ で 59~69 μs と微増傾向にあり、高密度($\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$)の焼結体については特に安定しているといえる。

よって高密度化の効果として、 $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ の一次焼結体では、ゼロ点から 2nd peak まで、すなわち全体としての塑性変形が始まるまでの衝撃作用時間がほぼ一定となることが確認された。

Table 3.3-1 Loading time [μs] from starting point to 1st peak (PS time: 60 min).

Density : ρ_{PS} [Mg/m^3]	PS temperature [$^{\circ}\text{C}$]			
	800 $^{\circ}\text{C}$	900 $^{\circ}\text{C}$	1000 $^{\circ}\text{C}$	1100 $^{\circ}\text{C}$
6.8	19	19	19	19
7.0	20	20	20	19
7.2	20	20	19	20
7.4	20	20	20	20

Table 3.3-2 Loading time [μs] from 1st peak to 2nd peak (PS time: 60 min).

Density : ρ_{PS} [Mg/m^3]	PS temperature [$^{\circ}\text{C}$]			
	800 $^{\circ}\text{C}$	900 $^{\circ}\text{C}$	1000 $^{\circ}\text{C}$	1100 $^{\circ}\text{C}$
6.8	69	61	59	59
7.0	60	59	58	59
7.2	58	57	58	56
7.4	56	55	56	55

(3) シャルピー衝撃試験後の一次焼結体破面の特徴

Fig. 3.3-6 にシャルピー衝撃試験後の破面の OM 像を示す。図のように、心部に PS 温度 1000°C 以上で光沢粒子が散見される破面(a)が、900°C 以下で焼結が不十分なための濃灰色の粗粒が目立つ破面(b)が観察された。

Fig. 3.3-7 に、Fig. 3.3-6 に示した光沢粒子および濃灰色の粗粒部の SEM 観察結果を示す。Fig. 3.3-6 (a)で見られた光沢粒子は、図(a)の平坦な劈開破面に相当し、Fig. 3.3-6 (b)で見られた濃灰色の粗粒は、図(b)のディンプル破面に相当することがわかる。すなわち、構成元素の拡散により焼結が十分進行すると、試験片の中心部における破面は、凹凸の激しい粒界および粒内型のディンプル破面から平坦な粒内劈開破面へと移行していくことがわかった。これは、焼結が進み靱性に優れる焼結組織の破面とは、焼結不十分な場合の最も弱い焼結ネック由来の延性破壊によるディンプル破面ではなく、鋼材の強度限界を超えた際に生じる粒内型の劈開破面であることを示している。よって、焼結鋼の破面は基本的にディンプル破面と劈開破面の混合タイプであるが、焼結が十分進行した素材は、より粒内劈開破面の割合が多い傾向にあることがわかった。

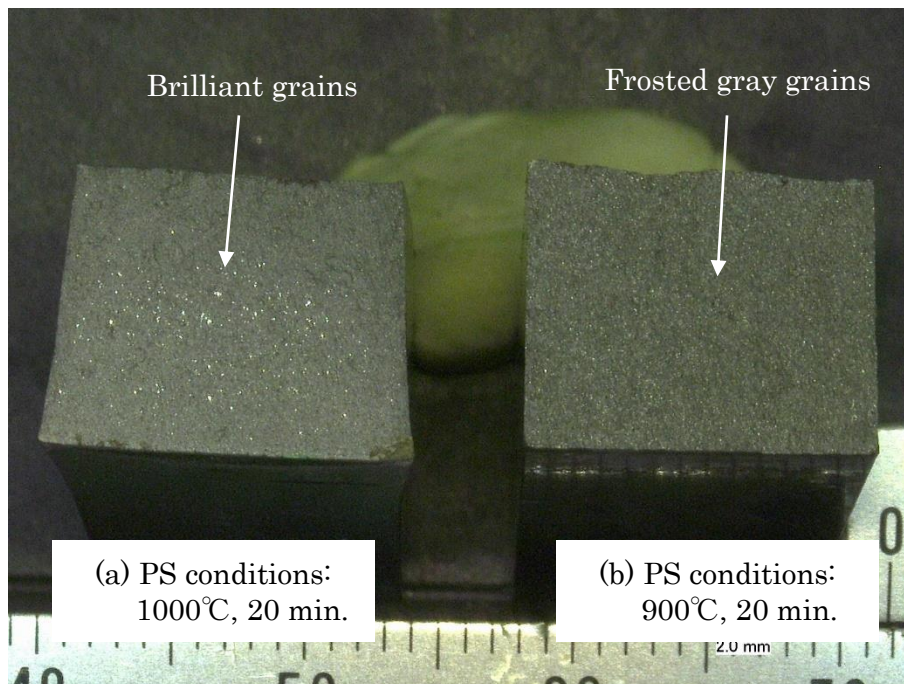
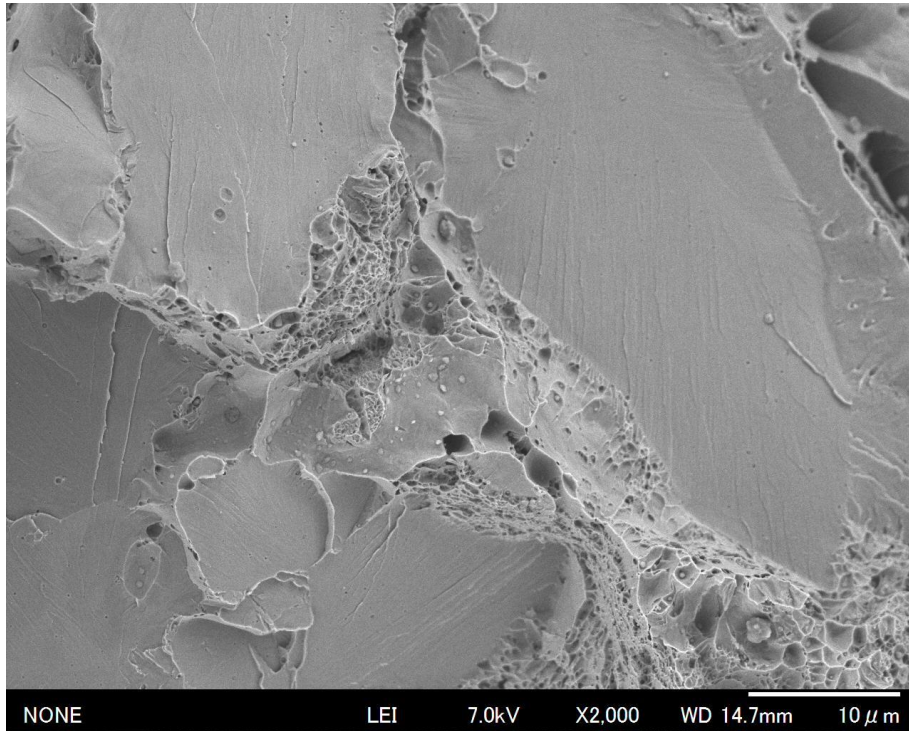
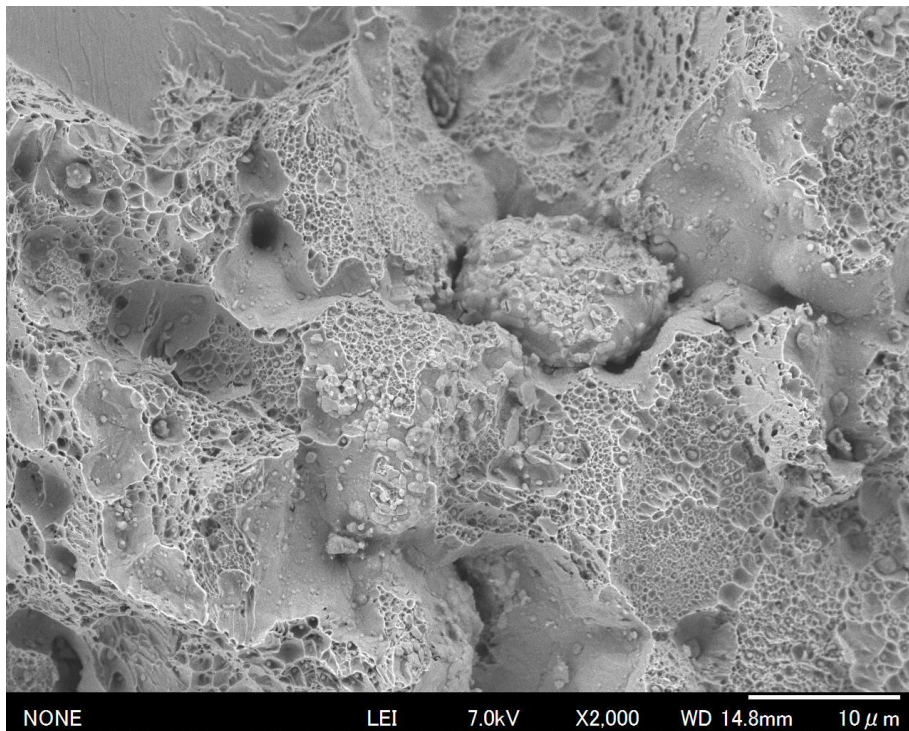


Fig. 3.3-6 Example of OM images of fracture areas after Charpy impact test.



(a) Cleavage fracture surface equivalent to brilliant grains in Fig. 3.3-6(a).



(b) Dimple fracture surface equivalent to frosted gray grains in Fig. 3.3-6(b).

Fig. 3.3-7 SEM images of fracture surfaces after Charpy impact test.

3.3.2.2 一次焼結材の曲げ強度と衝撃値の関係

Fig. 3.3-8 に、 $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ で、(a) PS 時間 20 min および(b) 60 min の一次焼結材について、前節の曲げ強度(σ_b)と本節の衝撃値(Wt)の関係を示す。各点は2~3点の平均値である。両図から、 σ_b と Wt には相関があり、直線近似できることがわかる。ここで、図(b)のPS時間60 minの場合、温度1075°C以上のデータにばらつきが見られるのは、Fig. 3.2-3に示したようにPS温度およびPS時間の増加に伴い曲げ強度は飽和することと、Fig. 3.3-5の(d)および(e)に示したようにPS温度およびPS時間の増加に伴い衝撃値も飽和することから、 σ_b が1000 MPa前後、 Wt が60 J/cm²前後でばらつきを持って飽和しているためと推測する。両図から、 σ_b と Wt の関係式は、

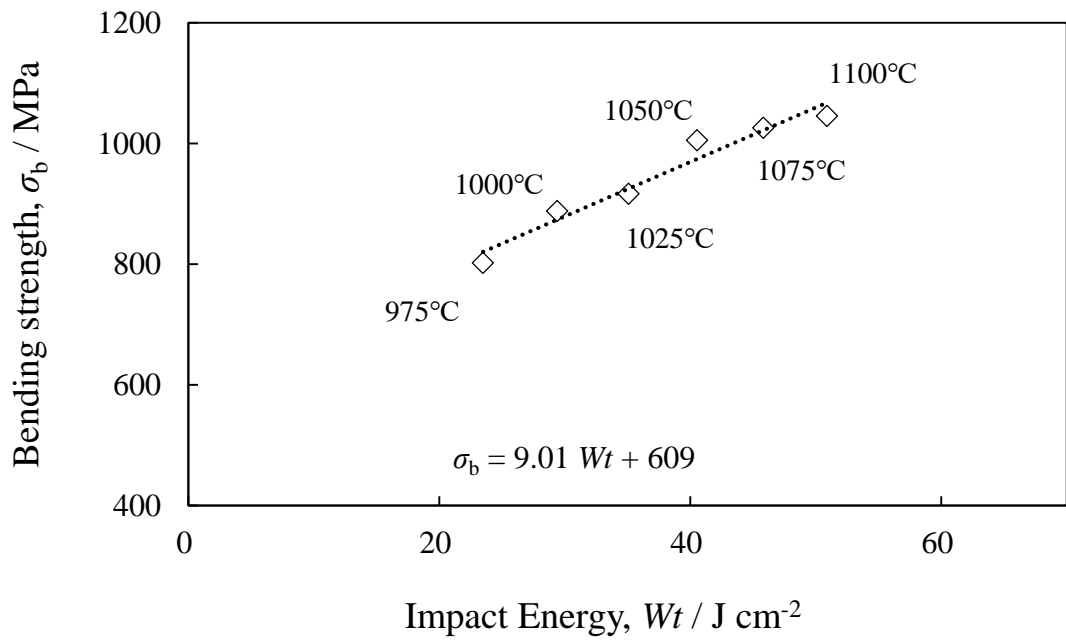
$$\sigma_{b(20\text{min})} = 9.01 \cdot Wt + 609 \quad \dots (3.3.8)$$

$$\sigma_{b(60\text{min})} = 7.15 \cdot Wt + 548 \quad \dots (3.3.9)$$

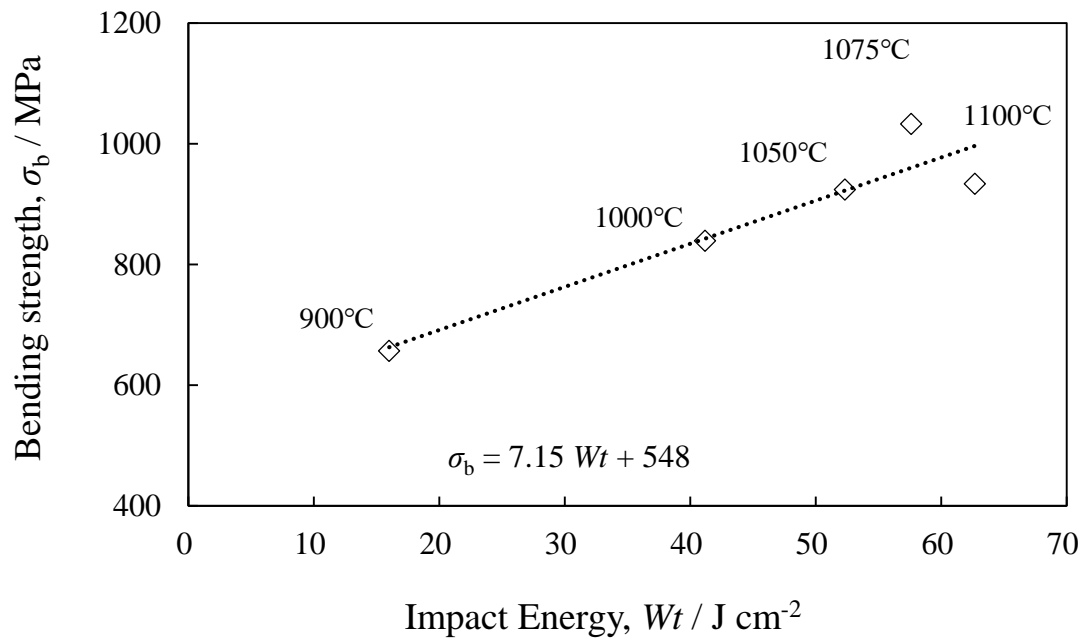
と近似される。 Wt は体拡散距離(d)の関数である式(3.3.6)より求められ、同式中の d は、式(3.3.2)および式(3.3.3)すなわち焼結温度と焼結時間より求められる。ただし、 σ_b の上限値は約1000 MPa、 Wt の上限値は約60 J/cm²と考えるべきである。

以上から、 $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ の一次焼結体について、焼結温度(900~1000°C)および焼結時間(20 min, 60 min)を決定することで衝撃値が求まり、衝撃値から曲げ強度を推定できることがわかった。

よって、 $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ 、一次焼結条件 1075°C, 60 min は、一次焼結体として曲げ強度 1000 MPa および衝撃値 60 J/cm² が得られる十分条件と考えられる。



(a) PS time: 20 min.



(b) PS time: 60 min.

Fig. 3.3-8 Relationship between bending strength and impact energy (ρ_{PS} : $7.4\ Mg/m^3$).

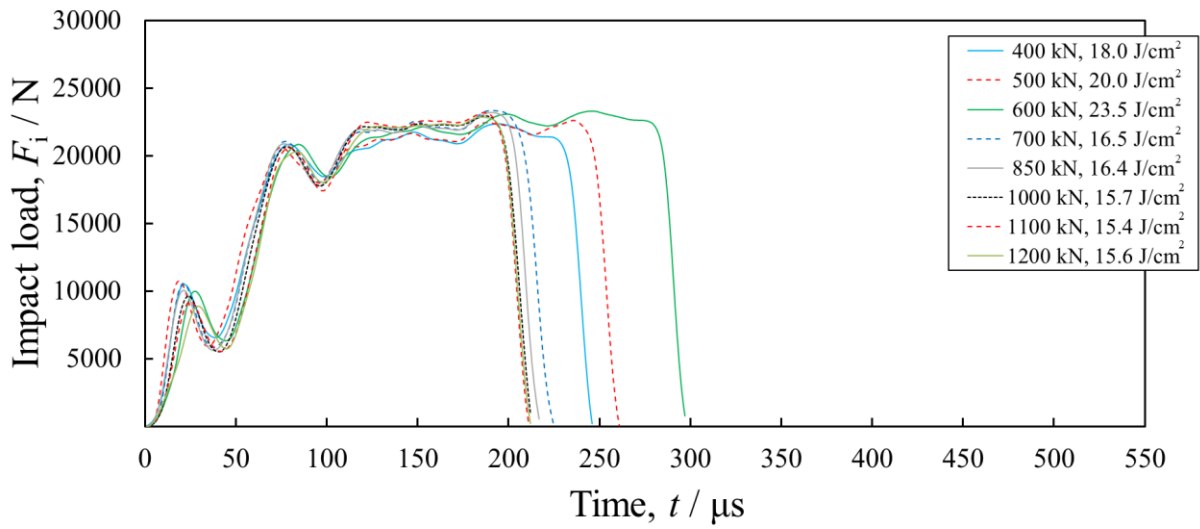
3.3.2.3 冷間鍛造材のシャルピー衝撃特性

Fig. 3.3-9 に、各 CF 荷重 (400~1200 kN) で作製した PS-CF 試験片にシャルピー衝撃試験を実施した際の衝撃波形および Wt を示す。ここで、 $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$ の試験片を用いており、図(a)が PS 温度 975°C、図(b)が PS 温度 1050°C の場合である。

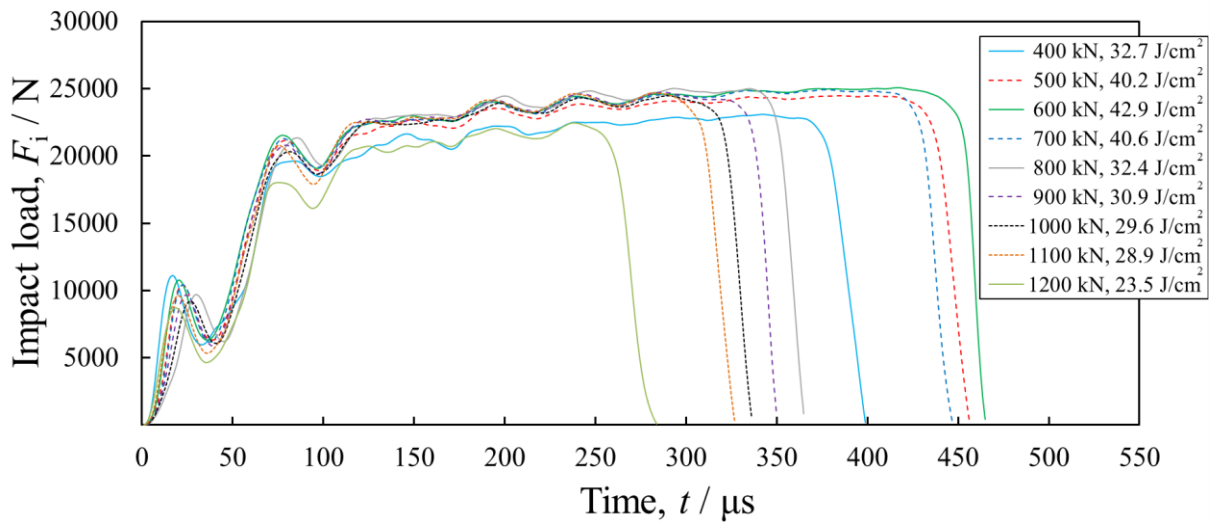
PS 温度がどちらの場合でも、CF 荷重の増加すなわち高密度化が進むにつれ、衝撃波形の面積すなわち Wt は一時的に増加するが、700 kN 以上で逆に減少していくことがわかる。この現象に関して、天野および中川らは、PS 条件 1150°C, 30 min の水アトマイズ純鉄粉焼結材への冷間鍛造により、強度は向上するが伸びおよび衝撃値は減少することを指摘し、衝撃値低下現象は鍛造での高密度化に伴う加工硬化によるものと報告している^{3.4, 3.5)}。

しかし、Fig. 3.2-10 (c)に示した CF 材表層域断面の SEM 像と併せて考えると、金属組織に探索困難なサブミクロンレベルの微細き裂が発生しているため、このようなプロファイルになると考えるのが妥当である。すなわち、CF 荷重が 700 kN の時点で金属組織中に微細き裂は発生しており、800 kN 以上で熱処理材の曲げ強度に影響が出るレベルに成長していると考えられる。また、CF 荷重が不足している場合、微細き裂および気孔を圧接しきれず、それらが鋭い形状で残留しているため、負荷がかかった際に応力集中し、CF 材の Wt 低下の要因となると考えられる。

以上より、CF 材の曲げ強度では確認できなかった微細き裂の発生すなわち金属組織の損傷が、CF 材のシャルピー衝撃波形と衝撃値および前述の最終熱処理材の曲げ強度には現れることが明らかとなった。これは、最終熱処理材の強度試験や切断面の金属組織を電子顕微鏡で確認しなくても、計装化シャルピー衝撃試験により得られた衝撃波形の増減から、冷間鍛造時点で金属組織中に発生する微細き裂を検出できることを意味している。



(a) PS conditions: 975°C , 20 min.



(b) PS conditions: 1050°C , 20 min.

Fig. 3.3-9 Diagrams of impact load and time at several cold-forging load ($\rho_{\text{PS}}: 7.4 \text{ Mg/m}^3$).

3.4 機械的特性の調査結果まとめ

以上の調査から、冷間鍛造荷重を 1200 kN まで順次上げて高密度化すると、途中の 700~900 kN 程度で発生した微細き裂が原因で、焼結冷鍛材の衝撃値および衝撃波形で異常を示すが、加工硬化の影響もあり曲げ強度にはこの特異な現象を確認できないことがわかった。よって、高荷重鍛造で微細き裂が圧接された状態での熱処理で、き裂は拡散接合し高強度が得られると推定できる。

ただし、強度が向上したとしても、その殆どが微細き裂発生前の強度には及ばないことから、熱処理による拡散不足の可能性がうかがえる。第 2 章における拡散に関する考察から、熱処理時間を延ばして拡散量を得ることは実用的ではなく、またガス浸炭加熱炉の構造的限界から、熱処理温度をこれ以上高くすることもできない。しかし、一次焼結による拡散と高荷重冷間鍛造後の最終熱処理による拡散を併せた全拡散量をより多く確保することが、微細き裂の消失に有効であることは示唆される。

よって、次章では一次焼結時点で高強度、高靱性かつ高い塑性変形能を有し、最高密度かつ熱処理後の強度が比較的安定している $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$, PS 条件 1075°C, 60 min, 冷間鍛造荷重 1200 kN の焼結冷鍛材を基準材としながら、必要に応じて高密度化特性に優れニアネットシェイプに適している PS 時間 20 min 材でも調査実験を行うものとした。これらに、高温処理による金属組織の改質が可能な真空浸炭熱処理法を適用することで、熱処理材のシャルピー衝撃特性を含む各種特性の調査と共に、最終的に高密度かつ高疲労強度を実現する熱処理条件について追究することとした。

3.5 結言

Mo 系部分拡散合金粉を用いて、最終的に優れた機械的特性が得られる有効な工程条件を求めることを目的とし、まず圧粉成形体に一次焼結および冷間鍛造を行った。曲げ強度調査用には最後にガス浸炭熱処理を施した。その過程で、各工程条件が試験片の曲げ強度およびシャルピー衝撃特性に及ぼす影響について調査した。得られた成果を以下にまとめる。

3.5.1 一次焼結材の曲げ強度およびシャルピー衝撃特性

- 1) 一次焼結温度を上げるにつれ曲げ強度も上昇し、一次焼結時間 60 min 以上であれば、曲げ強度は焼結温度 1100°C で飽和する。
- 2) 一次焼結温度にかかわらず、一次焼結時間 60 min および 90 min では曲げ強度に有意な差はない。よって本研究の焼結温度範囲(900~1100°C)で、焼結時間増加による Fe の自己拡散促進は、シャルピー衝撃値および第 2 章で述べた塑性変形能の向上には有効であるが、曲げ強度の向上効果は小さい。
- 3) 初期密度すなわち一次焼結体密度(ρ_{PS})によらず、焼結温度が高いほど衝撃値は指数関数的に上昇し、 ρ_{PS} が高いほど衝撃値は大きく上昇する。
- 4) 本研究の一次焼結条件では γ -Fe の体拡散が支配的で、 ρ_{PS} 一定の場合、衝撃値は体拡散距離の対数と直線関係にある。更に、一次焼結体のシャルピー衝撃値と曲げ強度には相関があり直線近似できる。よって、密度一定の一次焼結体であれば、焼結温度および焼結時間を決定することで衝撃値が求まり、衝撃値から曲げ強度が推定できる。
- 5) 初期密度および一次焼結条件を変えた場合の、計装化シャルピー衝撃波形の変化から、衝撃値の上限値が約 60 J/cm² であることがわかった。
- 6) 本研究で用いた Mo 系焼結鋼の衝撃試験後の破面は基本的にディンプル破面と劈開破面の混合タイプだが、靱性に優れた金属組織では鋼材の強度限界を超えた際に生じる粒内型の劈開破面の割合が多くなることがわかった。

3.5.2 冷間鍛造材の曲げ強度およびシャルピー衝撃特性

- 1) 一次焼結材の冷間鍛造後、曲げ強度は若干であるが増加傾向が認められた。これは、加工硬化によるものと解釈される。
- 2) 冷間鍛造により高密度化が進むにつれ、衝撃値の増加すなわち衝撃波形の時間軸方向への拡張が進むが、設定荷重 700 kN 以上では高密度化するほど逆に衝撃値が減少すなわち衝撃波形が収縮していく傾向が明らかになった。
- 3) 冷間鍛造材の表層域の断面金属組織観察より、設定荷重がおよそ 800~950 kN で高密度化はされているが、表層域全域にわたって粒界三重点となる残留気孔から粒界に沿って極微細なき裂が発生し、この金属組織のサブミクロンレベルの損傷がシャルピー衝撃値を低下させていることが明らかとなった。

3.5.3 最終熱処理材の機械的特性

- 1) 一次焼結条件や初期密度にかかわらず、冷間鍛造により密度を約 7.7 Mg/m^3 まで上げると、表層域に極微細な粒界なき裂が発生し、鍛造材の衝撃値の低下だけでなく、浸炭熱処理材の曲げ強度を低下させる。
- 2) 設定荷重 1200 kN の冷間鍛造で 7.8 Mg/m^3 以上に高密度化することにより、微細なき裂が圧接された状態となり、浸炭熱処理で素材全体の体拡散とき裂の拡散接合を促進し、約 7.7 Mg/m^3 の最低曲げ強度から強度が回復する傾向を示した。これにより、高密度と高強度の両立可能性が示唆された。
- 3) 熱処理材の強度回復効果が高い有効条件として、一次焼結体密度が 7.4 Mg/m^3 で、一次焼結条件は、ニアネットシェイプに適した 1050°C 以上、20 min、および塑性変形能に優れる 1075°C 、60 min が望ましい。その上で、設定鍛造荷重 1200 kN で密度 7.8 Mg/m^3 以上とすることが望ましい。

参考文献

- 3.1) 天野富男, 中川威雄: 粉末成形体の塑性加工による高密度化, 第 40 回塑性加工シンポジウム, 日本塑性加工学会, (1972) pp. 49-59.
- 3.2) 沖本邦郎: 焼結部品の接合加工, 塑性と加工, Vol. 27 (1986) pp. 1145-1152.
- 3.3) 浅見淳一: 焼結機械部品の高密度化, 塑性と加工, Vol. 41 (2000) pp. 871-874.
- 3.4) 天野富男, 中川威雄, 小原邦夫, 西野良夫: 純鉄および低合金鋼焼結体の冷間鍛造性, 塑性と加工, Vol. 18 (1977) pp. 276-283.
- 3.5) 中川威雄, 天野富男: 純鉄粉の焼結冷鍛, 塑性と加工, Vol. 17 (1976) pp. 53-60.
- 3.6) T. K. Kandavel, R. Chandramouli, D. Shanmugasundaram: Experimental study of the plastic deformation and densification behaviour of some sintered low alloy P/M steels, Materials & Design, Vol. 30 (2009) pp. 1768-1776.
- 3.7) G. Sutradhar, A. K. Jha, S. Kumar: Cold forging of sintered iron-powder preforms, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 51 (1995) pp. 369-386.
- 3.8) 竹増光家, 尾崎龍夫, 松永良一, 穂屋下茂: 鉄系焼結合金歯車のねじ式仕上げ転造法によるクラウニング加工, 塑性と加工, Vol. 45 (2004) pp. 118-122.
- 3.9) 小磯隆, 呉羽康正: 焼結部品の精度と形状, 塑性と加工, Vol. 29 (1988) pp. 75-80.
- 3.10) 大矢根守哉, 島進, 沖本邦郎: 鉄系焼結体の延性破壊, 塑性と加工, Vol. 20 (1979) pp. 1037-1044.
- 3.11) 積木千明, 永礼一郎: 焼結鍛造のコンロッドへの適用, 塑性と加工, Vol. 24 (1983) pp. 809-815.
- 3.12) 日本工業規格: 焼結金属材料一仕様, JIS Z 2550, (2016).
- 3.13) 日本機械学会: 機械実用便覧 改訂第 6 版, 丸善, (1990) p. 130.
- 3.14) 日本機械学会: 機械実用便覧 改訂第 6 版, 丸善, (1990) p. 161.
- 3.15) 黒木英憲: 焼結鉄の耐衝撃特性, 粉体および粉末冶金, Vol. 28 (1981) pp. 47-54.
- 3.16) 黒木英憲, 徳永洋一: 焼結鉄のシャルピー衝撃試験, 粉体および粉末冶金, Vol. 16 (1969) pp. 259-265.

- 3.17) 黒木英憲, 徳永洋一: 焼結鉄の靱性に及ぼす Mo と Ni の影響, 粉体および粉末冶金, Vol. 20 (1973) pp. 43-48.
- 3.18) 高田健太郎, 木暮亮介, 小林輝夫: 高疲労強度焼結鍛造コネクティングロッドの研究, Honda R&D Technical Review, Vol. 19 (2007) pp. 129-137.
- 3.19) 日本規格協会: 金属材料データブック, (2004) pp. 21-22.
- 3.20) 特許第 1186854 号, 材料の衝撃的試験における荷重計測方法および装置 (1980).
- 3.21) 日本工業規格: 金属用シャルピー振り子式衝撃試験—計装化装置, JIS B 7755, (2011).
- 3.22) 特許第 2042085 号, 動的特性測定装置, (1988).
- 3.23) 坂之上悦典, 服部悟, 三田好明: Management & Technology for Creative Kyoto 2012 研究報告, 京都府中小企業技術センター, (2012) p. 17.

第4章 焼結冷間鍛造材の浸炭熱処理による金属組織改質と疲労強度向上

4.1 緒言

第2章および第3章で、一次焼結(Primary Sintering: PS)材および冷間鍛造(Cold Forging: CF)材の金属組織、高密度化特性、塑性変形能、機械的特性など各種特性変化を明らかにし、有効な工程条件を検討した。一方で、一般的なガス浸炭熱処理(Gas carburizing: GC)を施した際に、CF後の密度(ρ_{CF})が高いほど曲げ強度(σ_b)が向上するが、特定の密度域(7.70~7.76 Mg/m³)に入ると強度が急激に低下し、更に密度を上げるにつれ強度が向上する現象が生じた。これは、ニアネットシェイプ製作に適した焼結時間20 min 材であっても、また塑性変形能に優れる焼結時間60 min 材であっても、一般的な焼結温度範囲(1000~1100°C)で現れることが明らかとなった。

第3章ではCF材のシャルピー衝撃波形からGC材の強度低下を予見できることを示した。更に、CFの際、試料表層域のFe粒子間接触部すなわち粒界三重点および四重点を起点とした極微細な粒界き裂が発生しているため衝撃値が低下し、その微細き裂がGC後も影響し続けて強度低下を起こしていることを示した。よって、これまで天野および中川らによる研究^{4.1,4.2)}にあるように、CF材の強度向上は加工硬化によるものと解釈されてきたが、その強度には金属組織の損傷の影響も含まれている可能性が高いことがわかった。

そこで第4章では、第3章に示した一般的なGCを施した場合の曲げ強度試験結果から、CF荷重を上げることにより特定の密度域(7.70~7.76 Mg/m³)に達し強度低下した後、更なる高密度化で再び強度が上がる現象に着目し、強度向上に有効な浸炭熱処理条件の前工程として二次焼結(2S)を検討した。

2Sによる心部組織の十分な拡散に加え、十分なCF荷重と2Sによる拡散接合により圧接微細き裂の消失を狙い、高密度材への2S効果を衝撃値によって調査した。ここで、全ての微細き裂、特に表面に露出した開口型き裂の完全消失は困難と考え、鋭い残留気孔および残留き裂の影響、すなわちき裂進展速度を低減する狙いで韌性に富

む残留オーステナイトを増やし、金属組織を改質することとした。

次いで行う浸炭焼入れでは、浸炭層がマルテンサイト変態を起こし膨張および硬化する。そのため、表層には圧縮の残留応力が発生し、これが耐久性を向上させる。よって、浸炭層が深いほど圧縮残留応力も深くまで分布し、耐摩耗性の向上が期待される。しかし、疲労寿命でみた場合、浸炭硬化層が深いとき裂発生寿命は向上するが、き裂への感受性が高く、表面に疲労き裂が発生した際にその伝播が速いため、逆にき裂進展寿命は低下する傾向にある。そのため、浸炭硬化層には最適厚さが存在する^{4.3, 4.4)}。一方、本間らの研究^{4.5)}によると、耐摩耗に有効な球状セメンタイト(Fe_3C)は曲げ疲労強度を低下させないことが述べられている。

本研究では、熱処理による金属組織の改質と共に深い浸炭層および球状セメンタイトを有する表面組織とすることで、高疲労強度と耐摩耗性を両立可能な浸炭条件を検討した。最終的に、従来のGC法と比較し、高温処理によるC、MoおよびFeなど構成元素の高速大量拡散が期待できる真空浸炭熱処理(Vacuum Carburizing: VC)法に、 α -Fe自己拡散を促進する二次焼結を組み合わせ、微細き裂の消失に加え耐摩耗性をも考慮した表層金属組織の改質による疲労強度の向上効果を調査した。

4.2 浸炭熱処理による焼結冷鍛材の機械的特性と金属組織変化

4.2.1 供試材および実験方法

4.2.1.1 供試材および熱処理条件

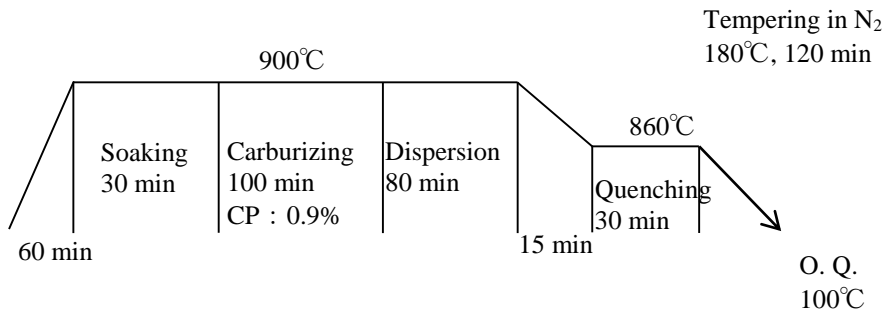
試験片は、高密度化により優れた機械的特性が得られる条件として、PS 条件 1075°C, 60 min, 密度(ρ_{PS}) 7.4 Mg/m³ として、CF 荷重 1200 kN で密度(ρ_{CF}) 約 7.8 Mg/m³ とし、最後に浸炭熱処理したものをを用いた。また、Table 4.2-1 に比較評価用の溶製材 SCr420H の成分を示す。試験片の形状は、第 3 章で用いたものと同様のノッチなし衝撃試験片とした。

Fig. 4.2-1 に、浸炭条件 HT1~HT3 のヒートプロファイルをそれぞれ示す。浸炭条件の各温度および時間は設定値である。一般的なガス浸炭 (GC) 熱処理条件を HT1 とし、ガス浸炭雰囲気には RX ガスおよびエンリッチガスを使用した。また、C₂H₂ ガスを用いた一般的な真空共析浸炭条件を HT2 とし、硬化層深さがガス浸炭の約 2 倍となる真空共析浸炭条件を HT3 と定義した。図中の CP は、表面炭素濃度 (Carbon Potential : CP) を意味する。

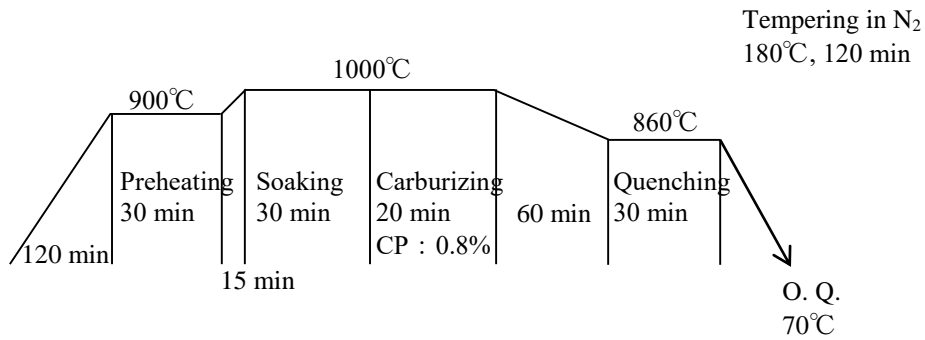
真空浸炭では、熱処理中の真空度を 30 Pa 以下とした。この温度はガス浸炭(900°C)より高温のため、900°Cでの予備加熱時間を 30 min 確保し均熱化している。また、ガス浸炭炉および真空浸炭炉の取扱い冷却油の性能および粘度の違いから、油焼入れ (O. Q.)温度をそれぞれ 100°Cおよび 70°Cとしている。焼戻し条件も第 3 章と同じく窒素中で 180°C, 120 min とした。

Table 4.2-1 Chemical composition of wrought steel SCr420H [mass%].

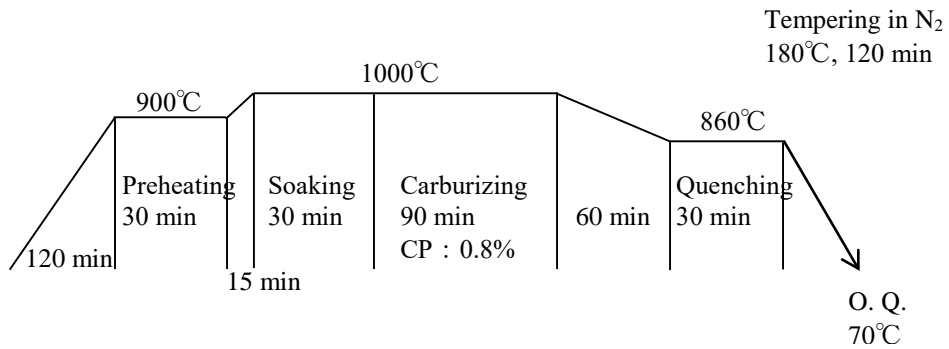
Element	C	Si	Mn	P	S	Cr
	0.18	0.20	0.79	0.018	0.014	1.14



(a) Gas carburizing: HT1.



(b) Vacuum eutectoid carburizing: HT2.



(c) Vacuum eutectoid carburizing: HT3.

Fig. 4.2-1 Heat profiles of gas and vacuum eutectoid carburizing.

4.2.1.2 物性試験および金属組織観察方法

試験片の硬さ測定には、マイクロビッカース硬さ試験機を用いて荷重 0.2 kgf, 負荷時間 5 s で行い, 気孔の影響で極端に低い値を示した測定値は除外した. 金属組織の観察は, 第 2 章および第 3 章と同様に機械研磨, バフ研磨, 3%ナイトールエッチングを施した後に光学顕微鏡 (Optical Microscope: OM)および走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM)を用いて行った. 衝撃試験も第 3 章と同様にノッチなし衝撃試験片を用いて, 計装化シャルピー衝撃試験機(東京衡機試験機製 CIEM-300D)にて実施し, 容量オーバーの場合 500J 型(東京衡機試験機製 IC-50)を用いた. 試験片表層域断面の調査には電子線マイクロアナライザー(EPMA)を用いた. 曲げ疲労試験には油圧サーボ式疲労試験機 (島津製作所製 EHF-EM100kN/1kNm)を用いて, 支点半径 5 mm, 支点間距離 40 mm, 繰返し速度 20 Hz, 応力比 0.1 で実施した.

4.2.1.3 X線回折分析法による金属組織の定量分析および残留応力測定

X線回折(X-Ray Diffraction: XRD)装置を用いて, 金属組織の構成比 (マルテンサイト(α'): 残留オーステナイト(γ_R): セメンタイト(Fe_3C)) の定量分析および表面部の残留応力測定を行い, 熱処理組織の評価を行った.

Fig. 4.2-2 に余肉を除去した鍛造面(上面)の表面の定量分析範囲および X線残留応力(σ_R)測定方向を示す. X線照射領域は, およそ幅 5 mm×長さ 1~4 mm(X線入射角 θ に依存)とし, 同じ熱処理条件で溶製材と焼結材との差異も調査した. 以下に測定条件を述べる.

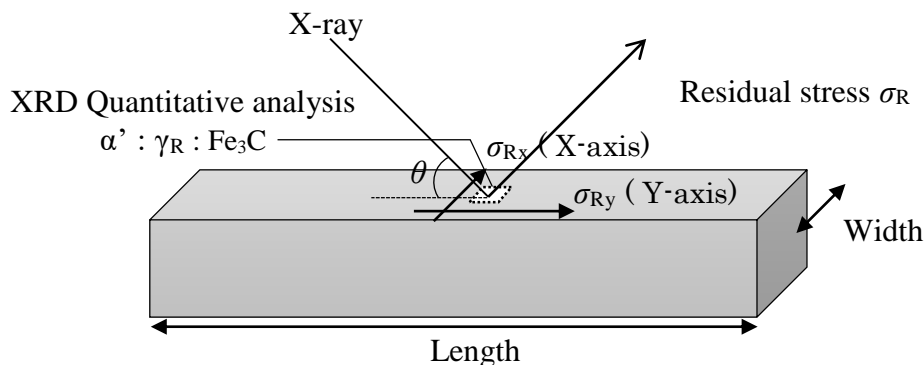


Fig. 4.2-2 Measurement area and direction for XRD analysis.

(1) X線回折装置(XRD)による浸炭熱処理材表面の定量分析

汎用 XRD(リガク製 SmartLab/GK2)装置を用い、焼結冷鍛(PS-CF)材の金属組織の定量分析に適した X 線源として、Fe 素材について Peak / Background(P/B) 比に優れ、回折線が高強度で精度良く得られる Co を採用した^{4,6)}。また、Blagg - Brentano (BB)の集中法光学系を用い、入射側に Co-K_β 線吸収フィルタ(15 μm 厚さ Fe 箔)を用い K_β 線をカットした。主要ピークを網羅するため、 $2\theta = 40 \sim 140 \text{ deg}$ とし、必要十分(最小ピーク 1000～最大ピーク 40000 count 程度)な X 線強度を得るため、走査速度を 10 deg/min とし、サンプリング間隔(ステップ幅)を 0.05 deg とした。解析には、リガク製 X線解析ソフトウェア PDXL2 Ver. 2.6.1.2 および無機結晶構造データベース ICSD for PDXL2 Ver.1.1.1.0 を用いた。ピークフィッティングにおいて、 α' -Fe と α -Fe ではその結晶構造が XRD スペクトルのピーク位置に殆ど影響しない^{4,7)}ため、また α -Fe はスペクトル情報が豊富で適切な検索が可能であることから、 α' -Fe を α -Fe で代用した。上記条件で、スペクトルを精密化してプロファイル全体のフィッティングを行い、Rietveld 解析による定量分析値を算出した。

(2) 浸炭熱処理材表面の残留応力測定方法

X 線残留応力測定装置 (リガク製 AutoMATE II)を用い表面の残留応力を測定した。X 線源に Cr を用い、測定法は並傾法、 ψ_0 一定法(ψ : 0～45 deg, 11 点)で、日本材料学会標準^{4,8)}で推奨する無歪 2θ 角度 156.40 deg の α -Fe (211)回折角を使用し、走査範囲を 146.14～166.54 deg とした。精度の高い解析が可能な回折 X 線強度 5000 count 以上が得られる条件として、走査速度 13.6 deg/min (計数時間 : 90 s), ステップ幅 0.05 deg, 揺動幅 5 deg とした。応力定数 -318 MPa/deg を決定する物性値として、ヤング率 223.3 GPa, ポアソン比 0.28 を用いた。解析には、リガク製残留応力解析ソフトウェア Residual Stress Analysis 2 を用いた。解析処理として、① ピーク切り出し(低角度側, 高角度側), ② 平滑化(加重平均, 平滑化点数 7), ③ バックグラウンド除去(両端に接する直線), ④ ピークサーチ(半価幅中点法)を行い、試験片上面(鍛造面)の表面残留応力を算出した。

4.2.2 結果および考察

4.2.2.1 熱処理材の金属組織の特徴

Fig. 4.2-3 に，ガス浸炭熱処理材の浸炭層断面金属組織の例を示す．図の金属組織を EPMA で定性分析した際の特徴を併記すると，記号(a)のような白色および薄茶色の組織は，炭素が少なく Mo リッチなフェライトおよび低炭素マルテンサイトおよび焼入れ焼戻し組織である．この部位は，第 2 章で述べたように α -Fe の自己拡散が活発であったと推測されるので，0.35 mass%C に併せて浸炭条件を設定しても炭素はあまり浸入できず，不完全焼入れ組織となるのは妥当である．記号(b)の黒色片状に見える組織は，炭素が極めて多く Mo 等の他元素が殆ど検出されなかった．よって，これは固溶せず残留したグラファイトである．記号(c)の茶色の組織は，炭素が多く Mo が少ないマルテンサイト組織が見られ，残留オーステナイトも含まれている．これは後述する XRD 分析結果から，その量がわかる．第 2 章

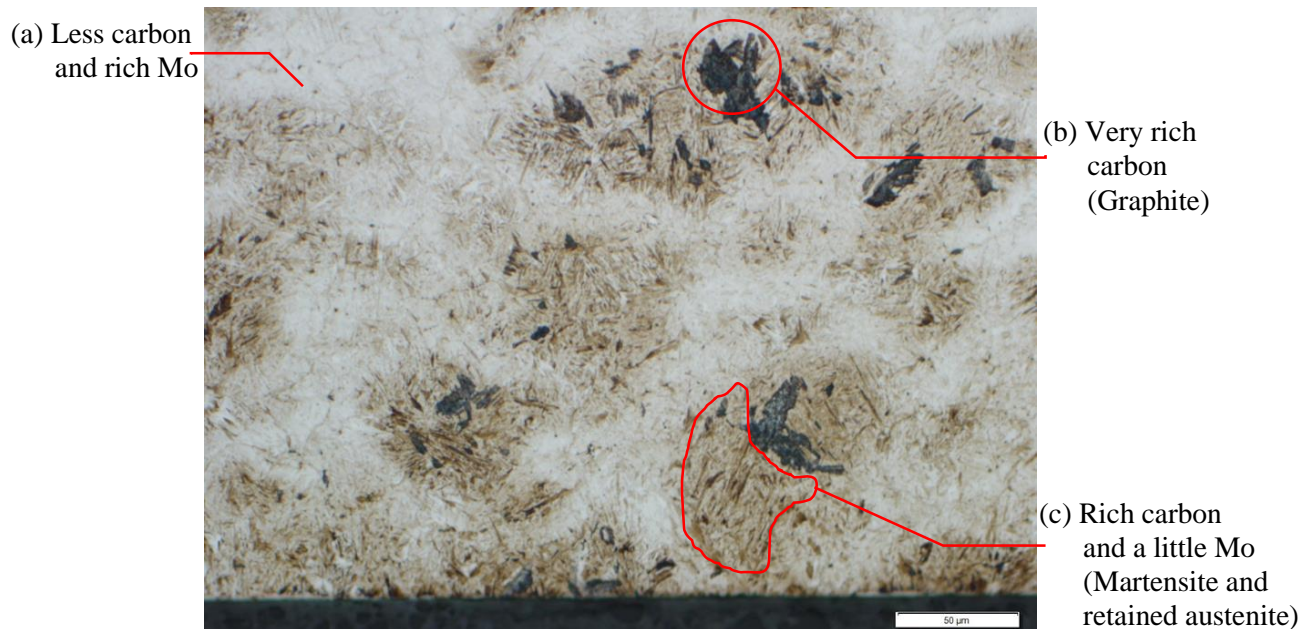


Fig. 4.2-3 Microstructure of PS-CF specimen treated by standard gas carburizing (HT1).

で Mo 系部分拡散合金粉における元素拡散の特徴を述べたように、Mo が存在し炭素の存在しない Fe 粒子間接触部では、通常の γ -Fe 生成温度域でも炭素が固溶しないまま高速な α -Fe の自己拡散が進むこと、また炭素がある場合は Mo の拡散促進効果が発現せず、低速な γ -Fe の自己拡散となることから、ガス浸炭熱処理 (HT1)をした場合に図のような斑模様の金属組織になることは妥当と考える。

このように、低合金鋼の溶製材に一般的に用いられている浸炭熱処理条件の場合、PS-CF 材は部分拡散合金粉特有の不均一な金属組織となることを確認した。よって、マイクロビッカース硬さも各金属組織の硬さの平均値となることがわかる。

4.2.2.2 表面および断面の金属組織および硬さ評価

Fig. 4.2-4～Fig. 4.2-9 に，金属組織（表面，心部，表層域断面，角部断面）および表面から心部までの硬さ分布を示す．これらの特徴を以下に述べる．

(1) HT1(ガス浸炭)

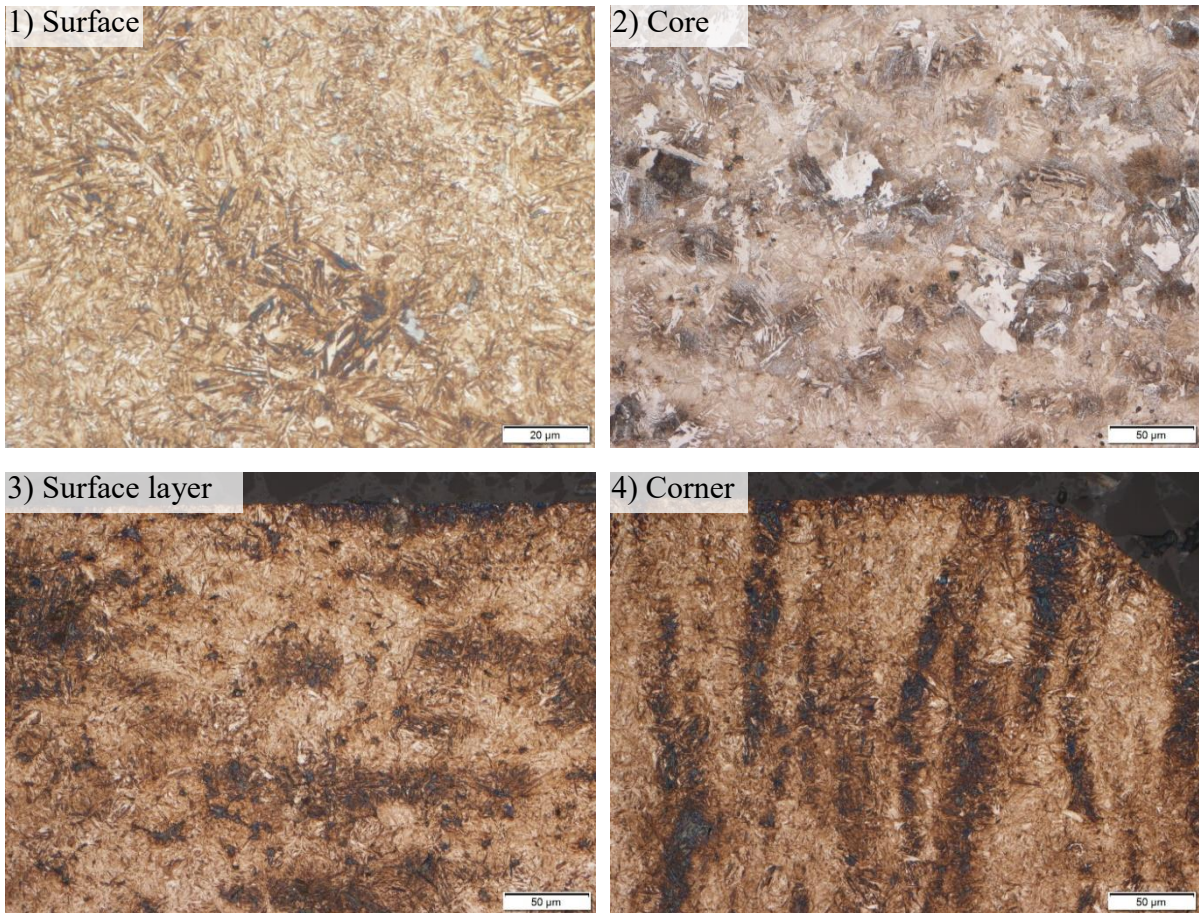
PS-CF 材について，Cr を含有しないため表面に浸炭異常層は認められない．表面および表層域は C および Mo が偏析した不完全焼入れ組織で，高炭素部には焼戻しマルテンサイトおよび残留オーステナイト(針状組織中の白色組織)が確認できる．心部は，中炭素(濃灰色)，低炭素(灰色)，純鉄(白色)の混在する不均一な中低炭素マルテンサイトの焼戻し組織である．角部は塑性流動の跡が見られるが，表層域同様の不均一な浸炭組織である．SCr420H について，ガス浸炭熱処理のため最表面に粒界酸化に伴う軟らかい異常層が認められ，表面および表層域に針状のマルテンサイトおよびその隙間に残留オーステナイト(白色組織)が確認できる．心部は遊離フェライト(白色)の多い低炭素マルテンサイトの焼戻し組織である．

(2) HT2(真空共析浸炭：浸炭時間 20 min)

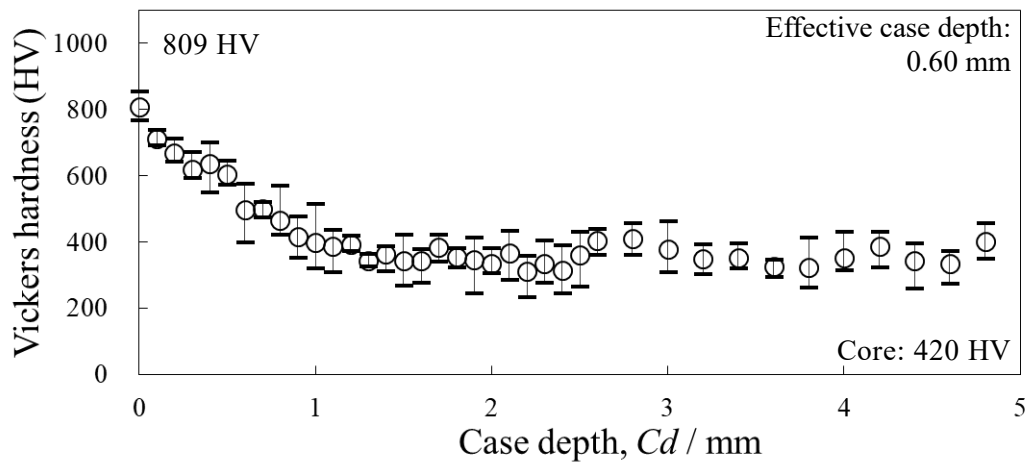
PS-CF 材について，表面，表層域および角部は，HT1 と同様の不完全焼入れ組織である．心部組織も HT1 と同様の焼戻し組織である．SCr420H について，真空熱処理のため，HT1 のような表面の異常層は認められない．表面，表層域および角部は HT1 と同様の不均一組織である．心部組織は，遊離フェライト(白色)が減少し硬さの向上に寄与していると考えられる．

(3) HT3(真空共析浸炭：浸炭時間 90 min，硬化層 HT1 の 2 倍)

PS-CF 材について，表面，表層域および角部は，HT2 と同じく不均一な不完全焼入れ組織である．心部組織も HT1 および HT2 と同様の組織である．SCr420H について，HT2 と同様，表面に異常層は認められず，マルテンサイト(針状)，HT2 より多めの残留オーステナイト(針状組織中の白色組織)，析出セメンタイト(白色粒状)が確認できる．心部組織は HT2 と同様で，角部は真空浸炭におけるエッジ効果^{4.9)}で過剰浸炭され，網目状セメンタイトが多量析出している．

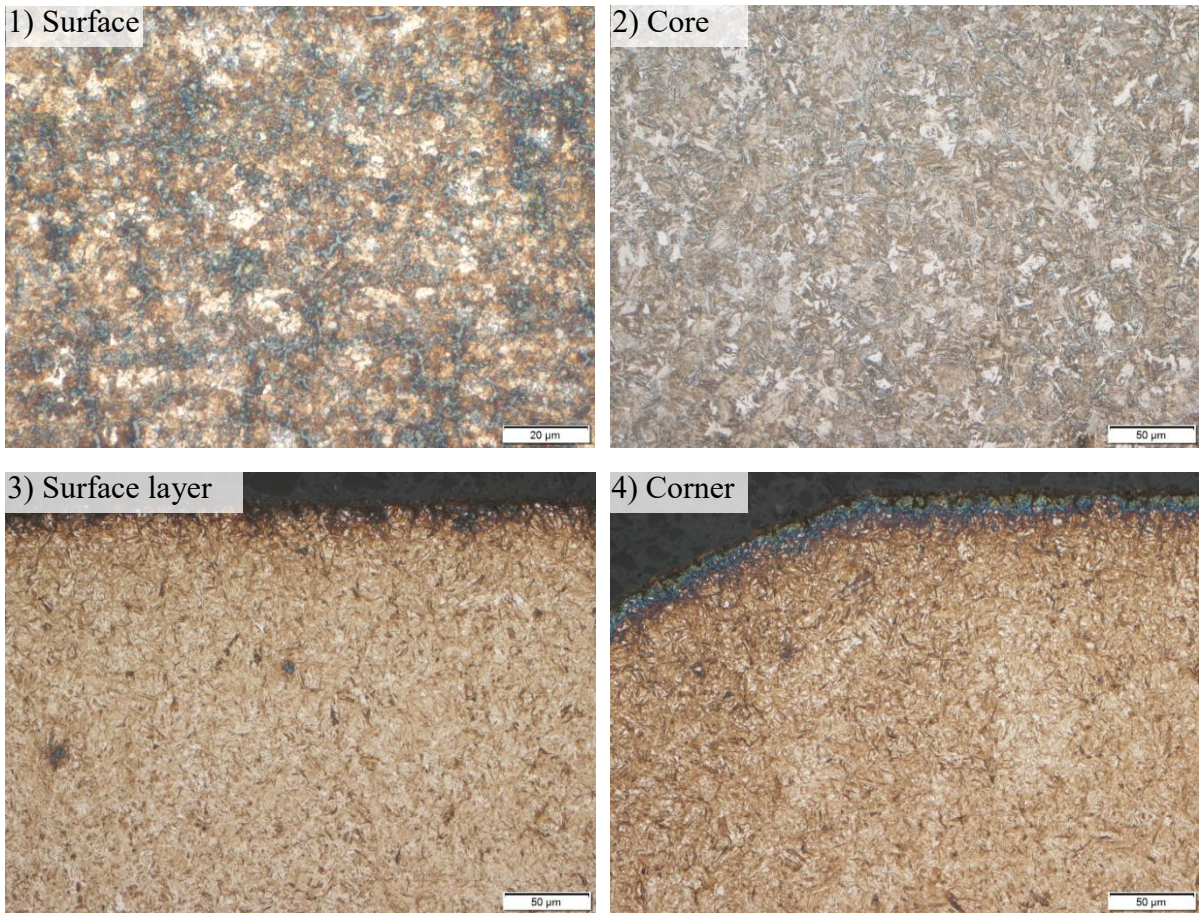


(a) OM images of surface and cross sections.

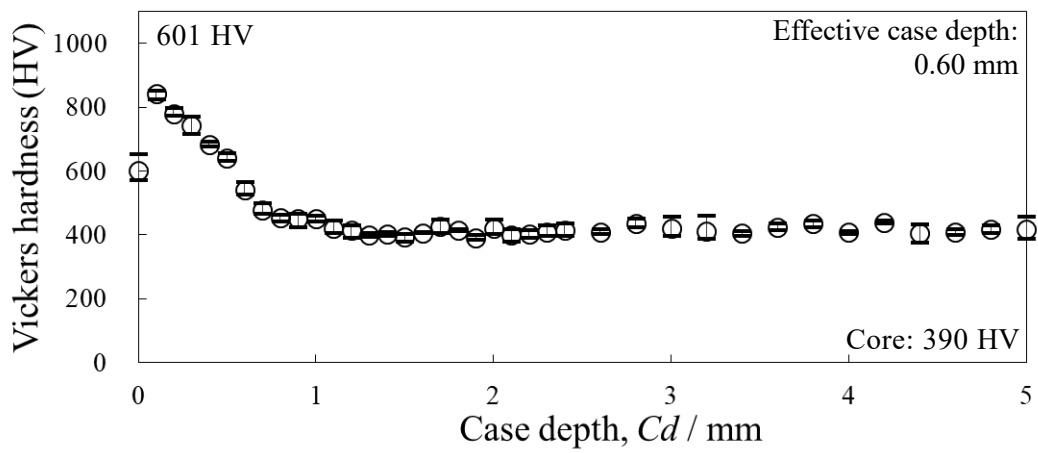


(b) Hardness profile.

Fig. 4.2-4 Hardness profiles and microstructures of PS-CF-HT1 specimen.

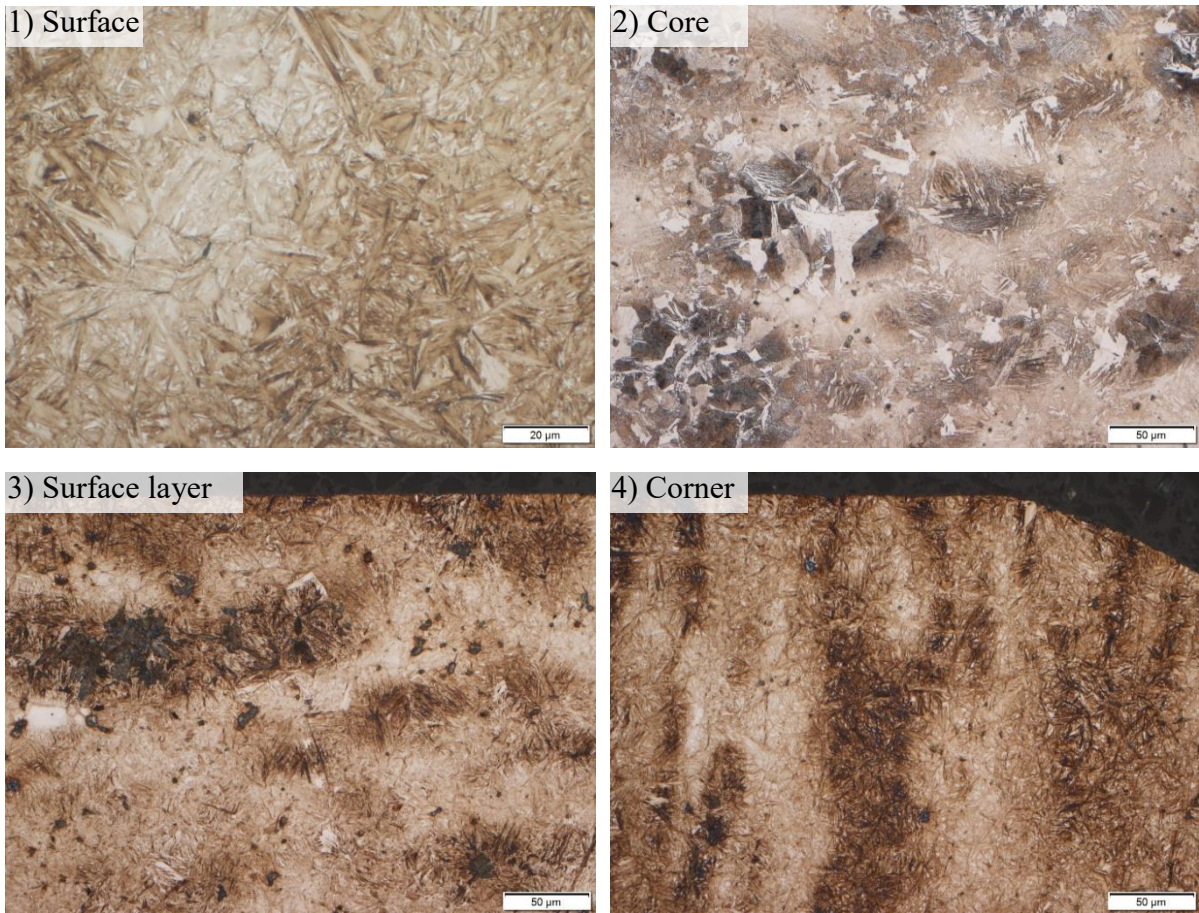


(a) OM images of surface and cross sections.

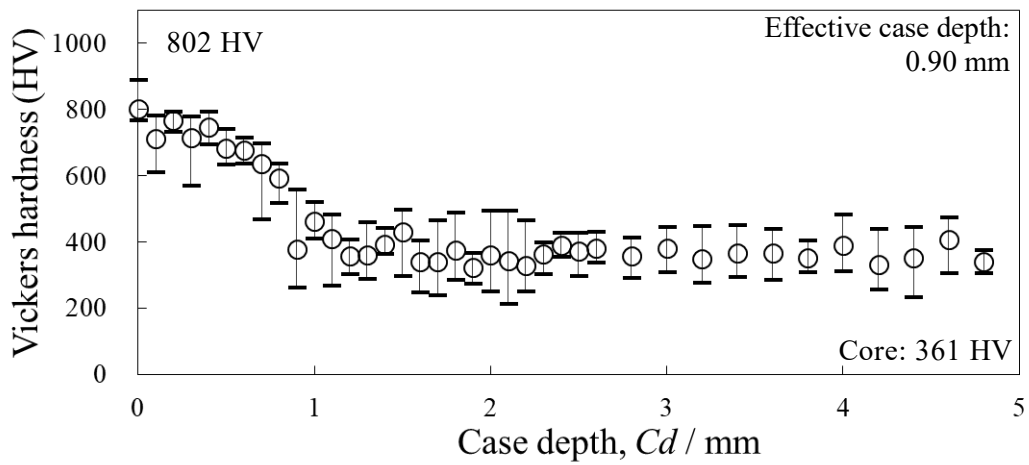


(b) Hardness profile.

Fig. 4.2-5 Hardness profiles and microstructures of SCr420H-HT1 specimen.

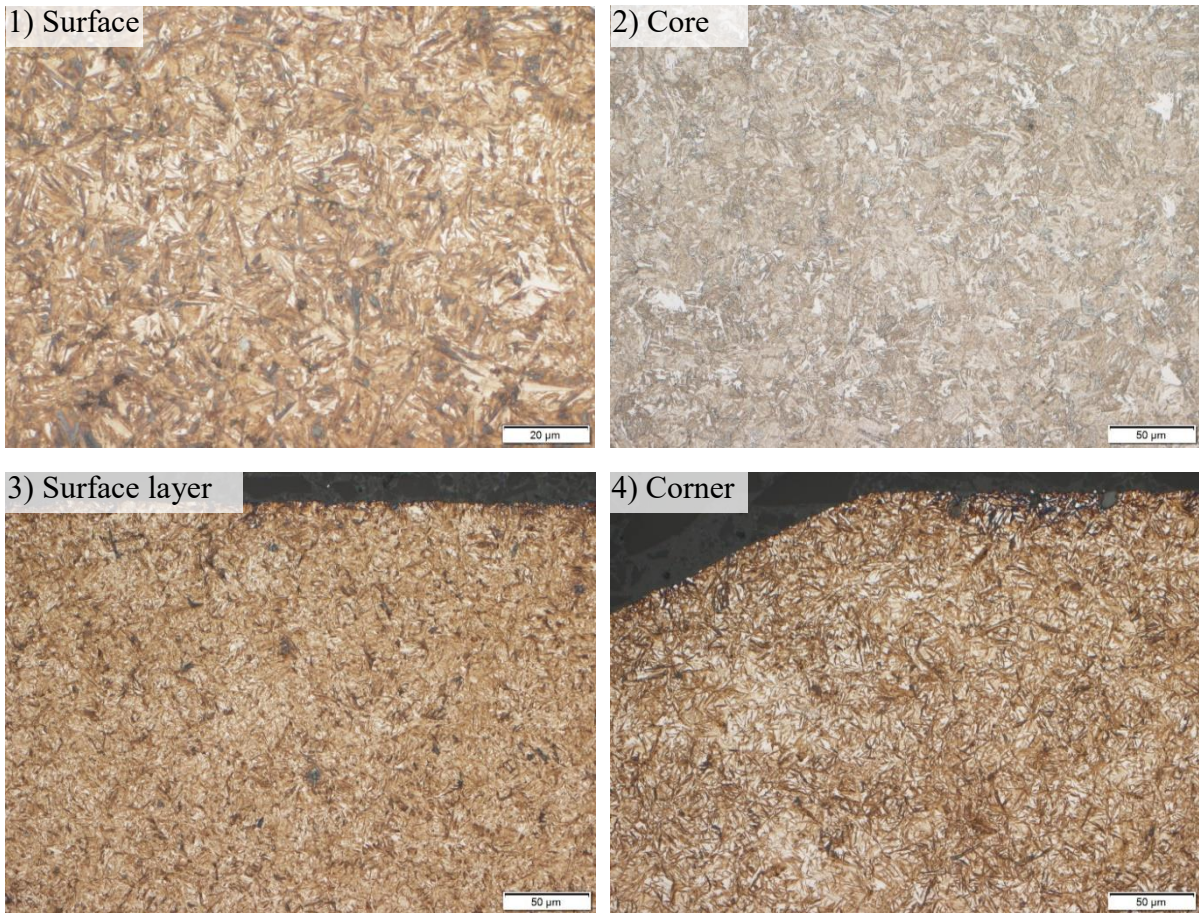


(a) OM images of surface and cross sections.

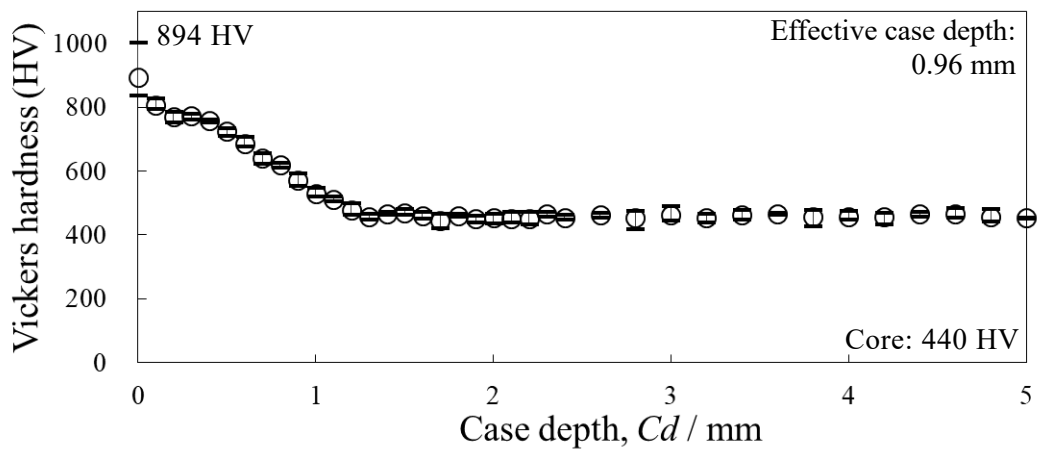


(b) Hardness profile.

Fig. 4.2-6 Hardness profiles and microstructures of PS-CF-HT2 specimen.

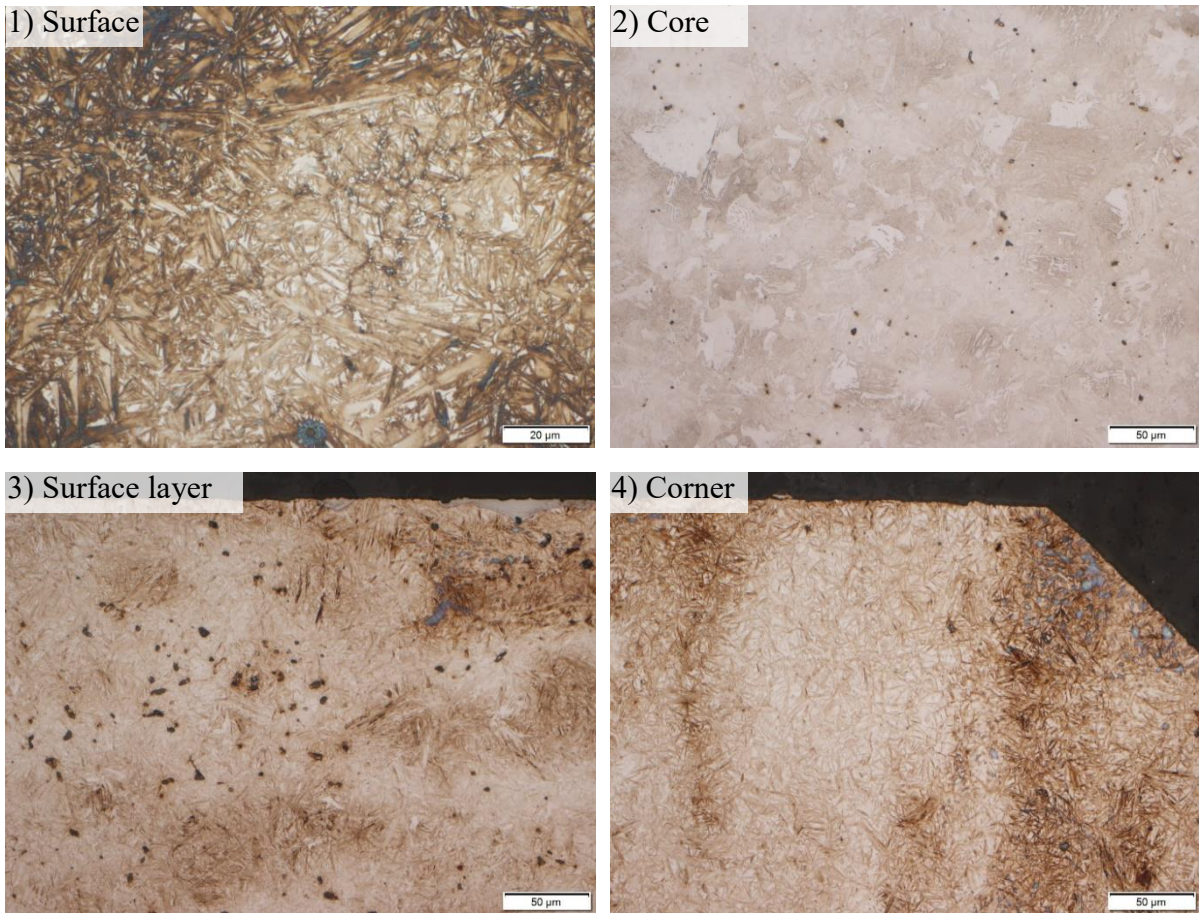


(a) OM images of surface and cross sections.

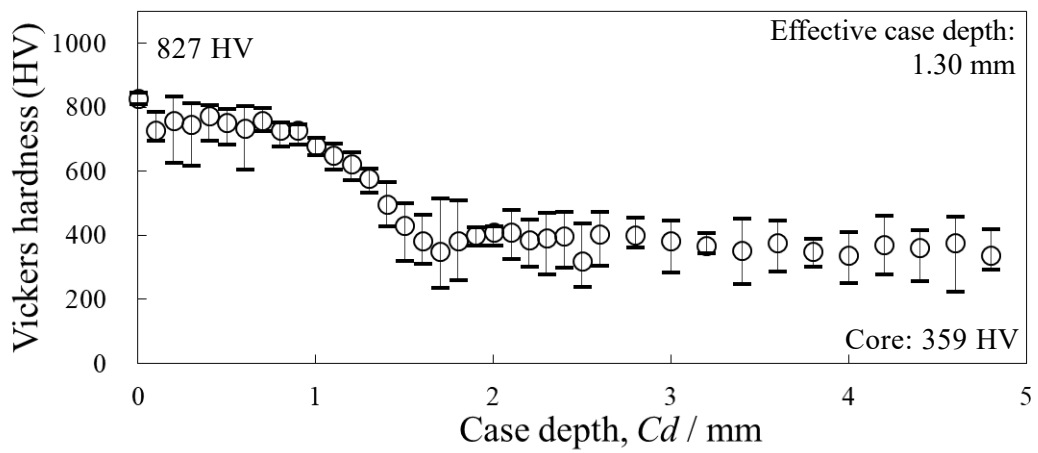


(b) Hardness profile.

Fig. 4.2-7 Hardness profiles and microstructures of SCr420H-HT2 specimen.

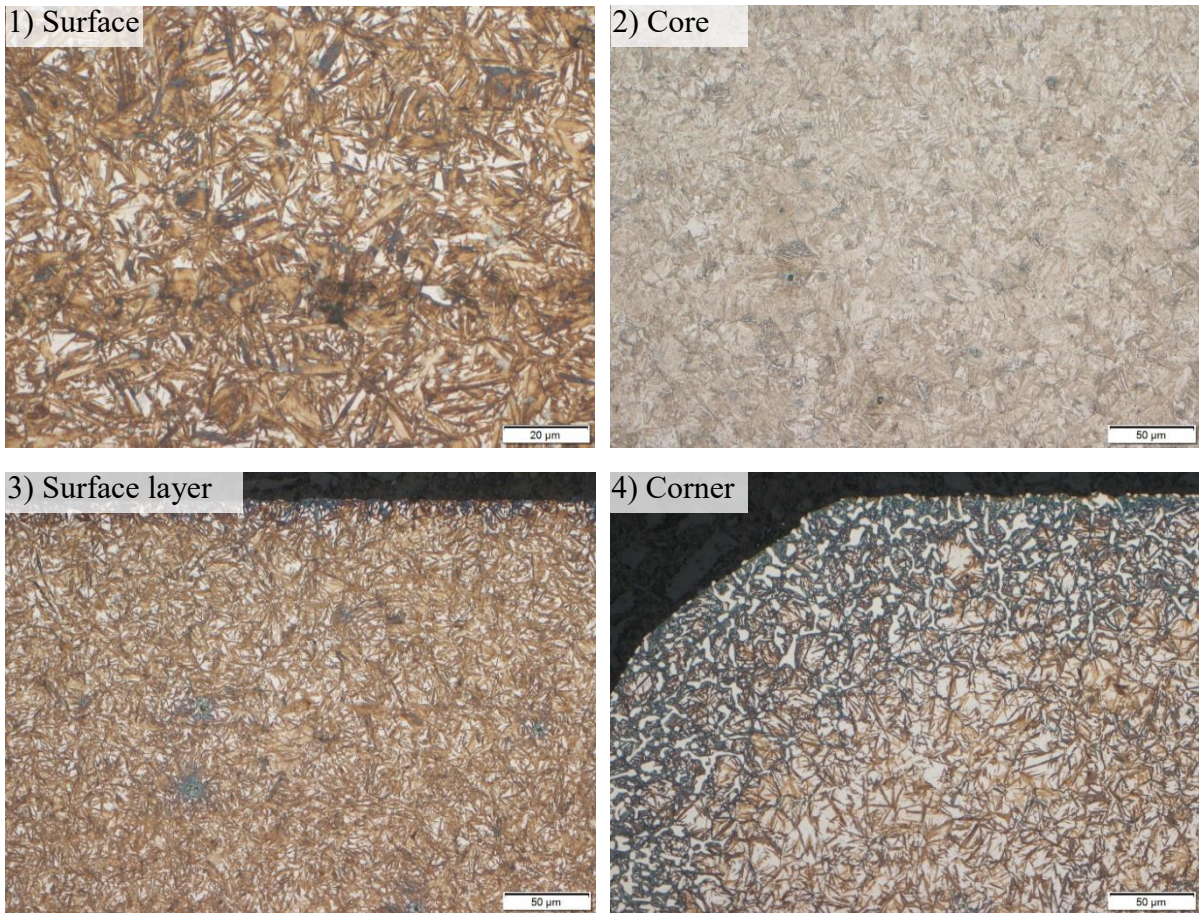


(a) OM images of surface and cross sections.

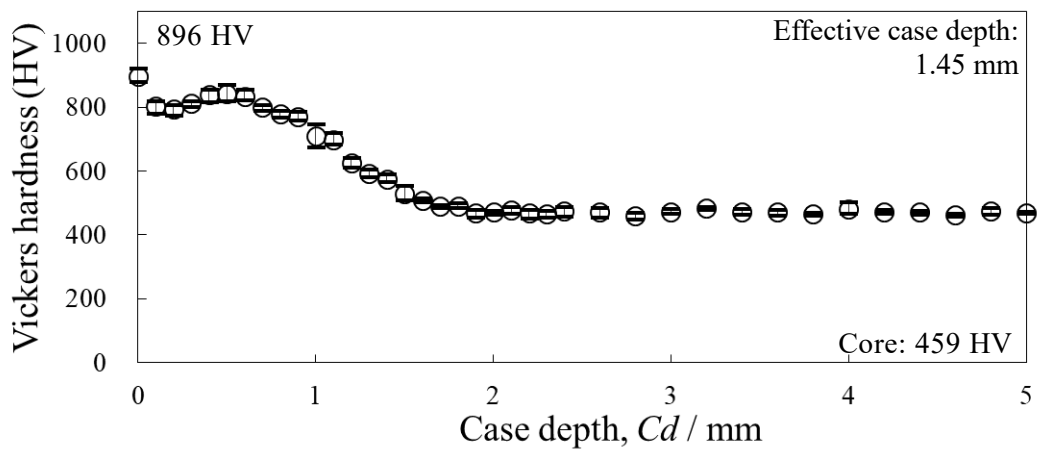


(b) Hardness profile.

Fig. 4.2-8 Hardness profiles and microstructures of PS-CF-HT3 specimen.



(a) OM images of surface and cross sections.



(b) Hardness profile.

Fig. 4.2-9 Hardness profiles and microstructures of SCr420H-HT3 specimen.

Fig. 4.2-4～Fig. 4.2-9 をもとに，Fig. 4.2-10 に PS-CF 材および溶製材 SCr420H の浸炭熱処理品の硬さ測定結果のまとめを示す。

表面硬さ(青線)について，HT1～3 では PS-CF 材は安定しているが，SCr420H の HT1 材は粒界酸化の影響で硬さが落ちている．これは，強い酸化性を有する $\text{Cr}^{4.10}$ が含まれる素材にガス浸炭したためである．真空熱処理の HT2 および HT3 では，PS-CF 材より SCr420H の方が表面硬さが優れている．SCr420H は，真空のため粒界酸化がなく，焼結材より添加元素の偏析が少ない状態で表面に焼入性倍数が高い $\text{Cr}^{4.11}$ が存在するためと考える．

心部硬さ(赤線)について，PS-CF 材は HT1 が 420 HV で，HT2 および HT3 は同程度の約 360 HV であることから，ガス浸炭より真空浸炭の方が，心部硬さが低いことがわかる．これは，HT1 の 900℃での浸炭および拡散時間 180 min と比べ，HT2 の 1000℃での浸炭 20 min および HT3 の 1000℃での浸炭 90 min では心部の C および Fe の拡散が少ないことを意味している．これは第 3 章で述べた拡散距

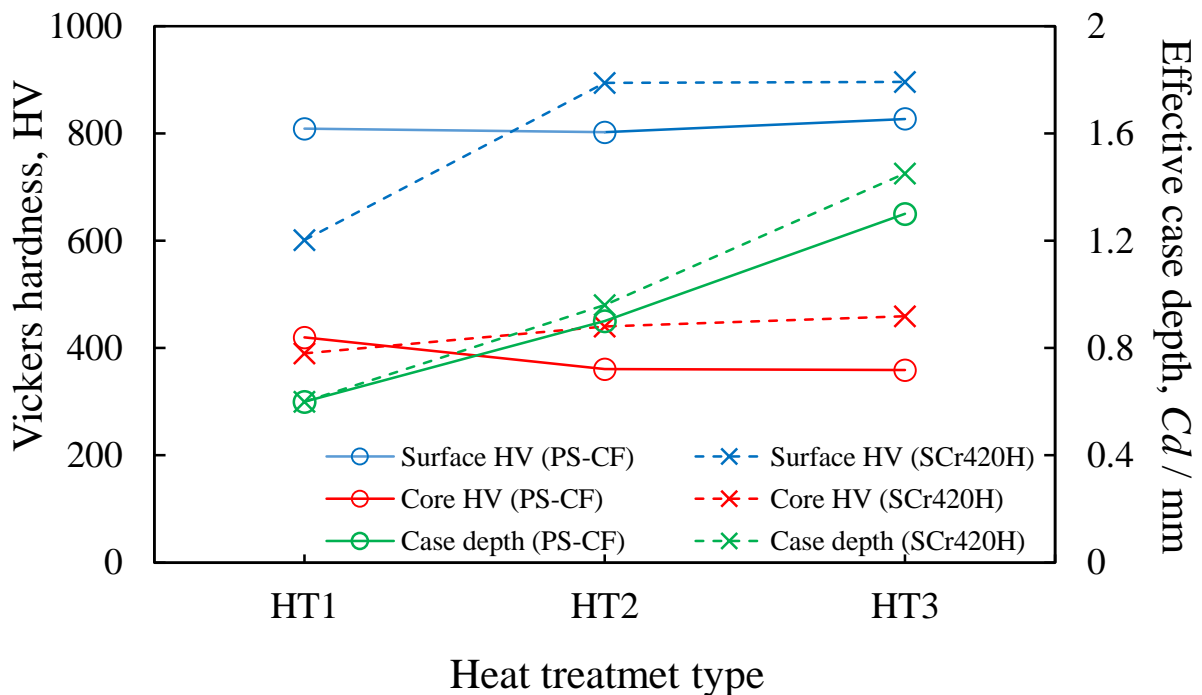


Fig. 4.2-10 Results of Vickers hardness test of heat-treated specimens.

離 d の計算でもわかる。すなわち、初めから C が固溶している溶製材より、純鉄粒子表面にグラファイトが添加されている焼結材は、純鉄粒内への C の拡散に時間がより必要と考えられる。

また、SCr420H の場合、HT1 の心部硬さは 390 HV だが、HT2 および HT3 では心部硬さが 440 HV および 459 HV であり、HT1 より明らかに高い。これは、Fig. 4.2-5(a)の 2)に示した金属組織より、900°C保持の HT1 材の金属組織でフェライト粒が目立つことから、HT1 材の 900°Cから 860°Cの降温より、HT2 および HT3 材の 1000°Cから 860°Cの降温の方が変態遅れに伴い α -Fe が少ない状態で焼入れされたと推定する。すなわち、設定温度 860°Cで若干 $\alpha+\gamma$ 域に入っていると考えられる。よって、1000°C保持の HT2 および HT3 材は、HT1 材より C の溶解込み量が多い状態で、降温時も α -Fe が HT1 材ほど析出せず、焼入れによる低炭素マルテンサイトが HT1 材より多くなり、硬くなったと考えられる。

有効硬化層深さ(Effective case depth: 表面から硬さ 550 HV までの浸炭深さ)について、PS-CF 材と SCr420H は、HT1 および HT2 それぞれの場合でほぼ一致する。よって、PS-CF 材の高密度化された表層は溶製材と同等の浸炭焼入性を有していることがわかる。およそ 6.8 Mg/m^3 以下の一般的な密度の焼結体へのガス浸炭熱処理であれば、表面からの連続気孔を通じて炭素および対流熱が早期に浸入していく影響で、狙いより硬化層が深くなる傾向にある。これがガス浸炭で通常の焼結材の浸炭層深さの管理を難しくしている理由である。高密度 PS-CF 材への浸炭の場合、ほぼ閉気孔となっているため、表層域での熱伝達速度は溶製材と変わりないと考えられる。しかし、PS-CF 材の最表層から心部に向かって密度は傾斜的に落ちていくため、真空浸炭で溶製材と同等の浸炭性および熱伝達性は高密度表層域に限られる。心部に向かうにつれ、残留気孔が原因で溶製材より炭素の拡散に遅れ(回り道)が出て、SCr420H と比べ PS-CF 材の有効硬化層が若干浅くなったと推測する。

4.2.2.3 表面の X 線残留応力および金属組織の構成比

Table 4.2-2 に熱処理材表面における Fig. 4.2-2 に示した XY 方向の X 線残留応力および金属組織の構成比の定量分析結果を示す. 表の残留応力(σ_R)から, 熱処理による圧縮残留応力が生じていることがわかるが, 数値としては低く機械的特性への影響は低いと考えられる. また, 金属組織の外観だけでなく定量分析値からも全てセメンタイトの析出が認められないこと, HT1 および HT2 では残留オーステナイト(γ_R)が 15%程度と低炭素鋼では標準的な量であること, 浸炭層の深い HT3 では C 量に依存する $\gamma_R^{4.12)}$ が約 5%多めに出ていることがわかる. これらの結果は, 前述の金属組織からは明確化しにくい, 妥当な結果である.

Table 4.2-2 Residual stress(X, Y) and quantitative analysis results of heat-treated PS-CF specimens.

Specimen	Heat treatment	Residual stress σ_R [MPa]		Ratio of microstructure by XRD quantitative analysis [%]		
		X -axis	Y -axis	Martensite (α' -Fe)	Austenite (γ_R)	Cementite (Fe_3C)
PS-CF-HT1	Gas carburizing	-159	-147	84.00	16.00	0.00
PS-CF-HT2	Vacuum carburizing	-148	-138	84.80	15.20	0.00
PS-CF-HT3		-72	-99	79.60	20.40	0.00

4.2.2.4 熱処理材の衝撃値評価

Fig. 4.2-11 に HT1~HT3 処理した PS-CF 材のシャルピー衝撃試験結果を示す. 図の衝撃波形から, HT1 材は最大衝撃荷重が低い, 衝撃作用時間が長いために衝撃値 (Wt) が高くなっていることがわかる.

HT2 材は, Fig. 4.2-6 に示した金属組織で見られる炭素濃度の不均一性に由来する不完全焼入れ組織としては, Fig. 4.2-4 に示した HT1 の金属組織と同程度に見えるが, 浸炭時の Fe の自己拡散時間が短い影響で焼結組織が強度不均一となり, 衝撃波形のばらつきが大きくなったと考えられる.

HT3 材は, 硬化層が深いためき裂進展は速いと考えられるが, 連続的なき裂の発生すなわち破壊を起こす右端の衝撃荷重最高点まで最も高荷重に耐えている. また, HT3 材は HT1 材および HT2 材より Wt が若干落ちるが, 最大衝撃荷重は HT1 材より優れる. これは, HT3 材は浸炭硬化層が深いため, き裂感受性が高く初期亀裂発生から破断までの時間は短い, 高密度化後の高温処理による Fe の自己拡散促進で表面

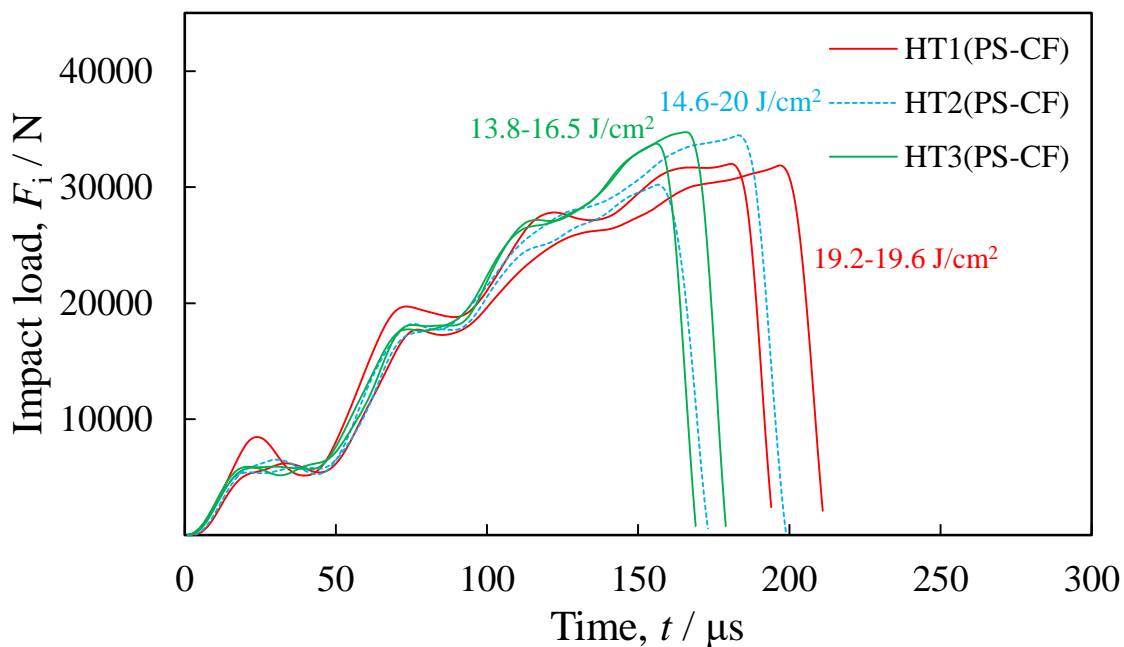


Fig. 4.2-11 Impact load profiles and energy of heat-treated PS-CF specimens.

の金属組織の靱性が向上した結果と推測される。よって、真空浸炭はガス浸炭と同じ硬化層深さを得る場合に高温短時間処理が可能であることが特徴だが、1000°Cの高温熱処理でC、Moの拡散およびFeの自己拡散量を十分確保し焼結ネックを成長させ、より内部へのCの拡散を促進して、PS-CF熱処理材の心部硬さおよび靱性を高めることが焼結材では重要と考えられる。第2章で述べたように、CはMoやFeより遙かに高速にFe粒内に拡散し、二元状態図で示した極低炭素状態でのMoによる高速な α -Feの自己拡散を阻害するので、浸炭前にFeの自己拡散に必要な時間を確保することが必要と考える。

なお、衝撃荷重が急低下するまでの波打った荷重上昇は、第3章で述べたように装置および衝撃刃と試験片間の衝撃力の相互作用によって生じる振動が信号に重乗し現れる重乗波と考えられるが、第3章で扱った非熱処理材とは異なる現象であるので、詳細については今後検討が必要である。

4.2.2.5 熱処理材の強度評価

(1) 熱処理材の曲げ強度評価

Fig. 4.2-12 に PS-CF 材および SCr420H の HT1 から HT3 熱処理材の曲げ強度試験結果を示す。各熱処理条件ごと心部硬さ(HV)の平均値も併記した。図より、PS-CF 材の強度は HT1 よりも HT2 および HT3 の方が高くなる傾向にあることがわかる。Fig. 4.2-10 に示したように、PS-CF 材の表面硬さがどの熱処理でも変わらないにもかかわらず心部硬さは HT1 > HT2 = HT3 である。よって、心部の C 偏析組織が減少すなわち拡散が進むことで硬さの平均値としては下がったが、より均一な金属組織に近づいたため、すなわち組織上最弱部となるフェライト組織に C が固溶し硬くなり、全体の強度は上がったと推測する。中澤らは SCr420H を含む低合金鋼の硬さと炭素量について調査し、0.2 mass%C および 0.35 mass%C に相当する素材硬さは、それぞれ 400 HV および 600 HV である^{4.13)}ことを示している。この硬さを基準とすると、SCr420H (0.2 mass%C) の HT1 から HT3 材の硬さは 390～

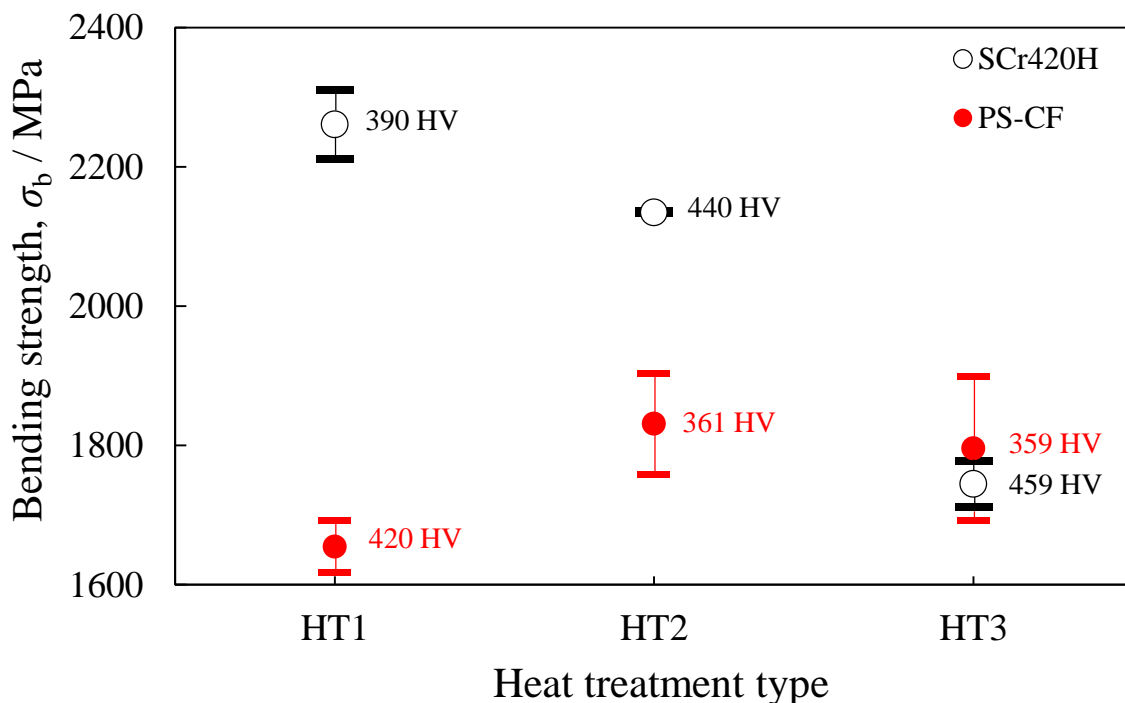


Fig. 4.2-12 Relationship of bending strength and Vickers hardness for heat-treated PS-CF and wrought specimens.

460 HV であり、ほぼ基準(400 HV)以上であるが、PS-CF 材 (0.35 mass%C) の硬さは 360~420 HV であり、SCr420H より明らかに低いことがわかる。これは、硬さは複合組織の平均値であるのに対し、強度や靱性は最も弱い組織や部位(気孔)に依存し、更に表層組織のき裂感受性にも左右されるためと考える。よって、PS-CF 材の浸炭層深さを増す熱処理条件として HT1 から HT2 への変更で、曲げ強度が上がり、心部硬さが下がる現象は、焼結材として熱処理条件の改善すなわち C の拡散による金属組織の強度の均一化が進んでいるためと考えられる。

また、Fig. 4.2-1 のヒートプロファイル(b)および(c)に示したように、HT2 から HT3 への変更で浸炭時間を 20 min から 90 min に延ばした、すなわち Fe の自己拡散時間を増やしたことで SCr420H と同等以上の強度となった。これは、表面状態に影響される衝撃特性と異なり、PS-CF 材の静的強度では焼結の進行する余地のある心部組織の影響が大きく、HT3 で浸炭層が深くなっても強度低下にあまり影響してないためと考える。また、拡散時間を更に増やすことで、より PS-CF 材と同等の炭素量(0.35 mass%C)の溶製材の強度に近づいていくことが予測される。

一方、心部組織に差異がない SCr420H において、HT2 から HT3 処理への変更による明らかな強度低下は、浸炭層を深くしたことによるき裂感受性の上昇および PS-CF 材と同様浸炭層中の残留オーステナイトの増加に起因すると考えられる。

(2) 熱処理材の曲げ疲労強度評価

Fig. 4.2-13 に PS-CF 材の曲げ疲労強度試験結果として、Bending stress-Numbers of failure(S-N)線図を示す。ここで応力階差は 40 MPa とし、最大曲げ応力(σ_{max})を 980~1180 MPa まで変化させた。図から、 $\sigma_{max}=1020$ MPa 以上で HT1 から HT3 まで疲労寿命に大差なく、 $\sigma_{max}=980$ MPa での疲労寿命は HT2 が最も優れ、HT3 が最も劣るが、そのばらつきも大きいことがわかった。これは鍛造による表層域の微細き裂の切欠効果および浸炭層深さによるき裂感受性の差異に起因するものと考えられる。以上から、浸炭条件をガス浸炭の HT1、真空浸炭の HT2、HT3 と変更していったところ、真空浸炭で PS-CF 材の曲げ強度の向上が見られたが、疲労強度はき

裂の発生寿命やき裂進展速度を支配する表層組織の状態に大きく影響を受けていると考えられ、あまり向上が見られないことがわかった。そのため、熱処理による鍛造で生じた微細き裂の消失も十分できていないと考えられる。第2章および第3章で検討してきたように、極低炭素状態での Mo による高速な α -Fe の自己拡散を積極的に生起させることが、機械的特性に優れた金属組織を得るのに有効である。しかし、Fig. 4.2-3 で標準的なガス浸炭の金属組織について述べたように、通常は炭素量(0.35 mass%C)を基準に浸炭条件を決定するため、極低炭素で Mo が存在するとき α -Fe の自己拡散が活発であった結晶粒は浸炭不足となる。よって、浸炭の前に二次焼結ステップをヒートプロファイルに追加し、Fe および C を十分拡散させてから浸炭することで、より均一で安定した浸炭焼入れ組織が得られるはずである。また、第3章で述べた表層域の微細き裂の影響も疲労や摩耗に顕著に効くと予想される。よって、次節では二次焼結工程を取り入れた改良浸炭熱処理を検討することとした。

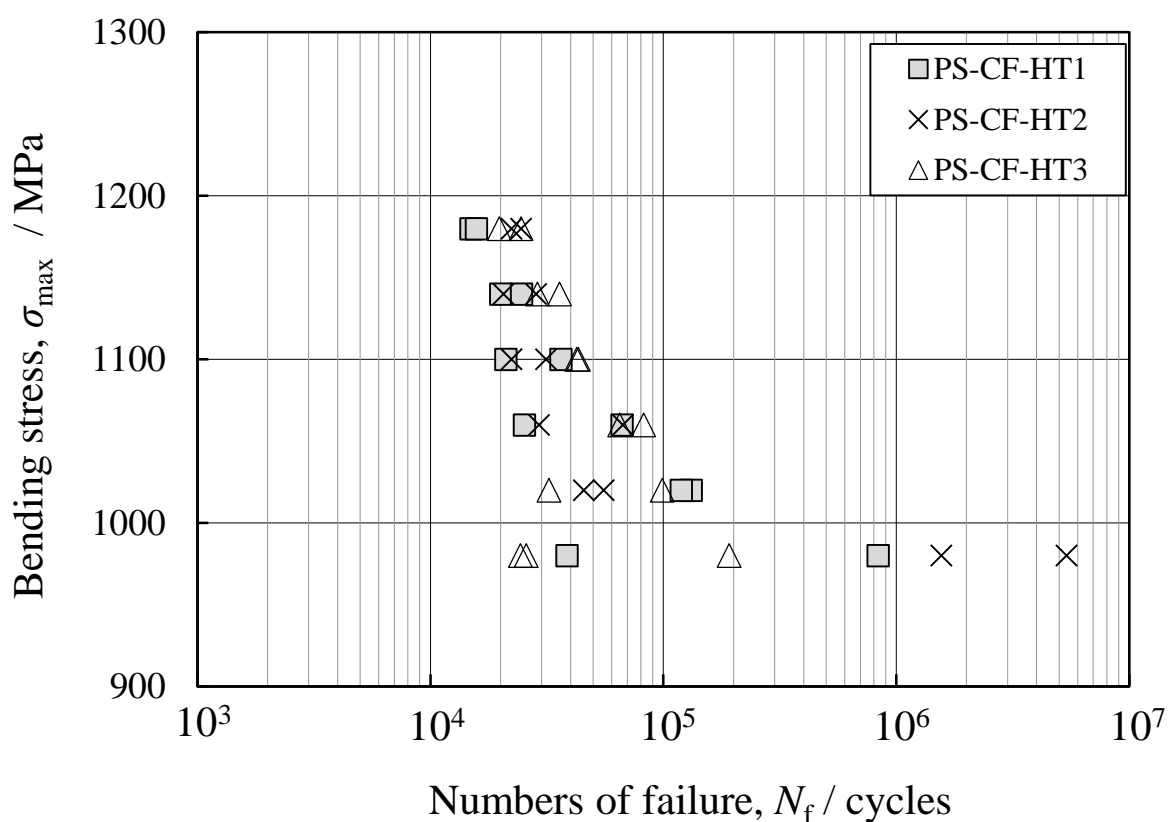


Fig. 4.2-13 S-N diagrams of heat-treated PS-CF specimens.

4.3 改良浸炭熱処理による機械的特性と金属組織の変化

4.3.1 供試材および実験方法

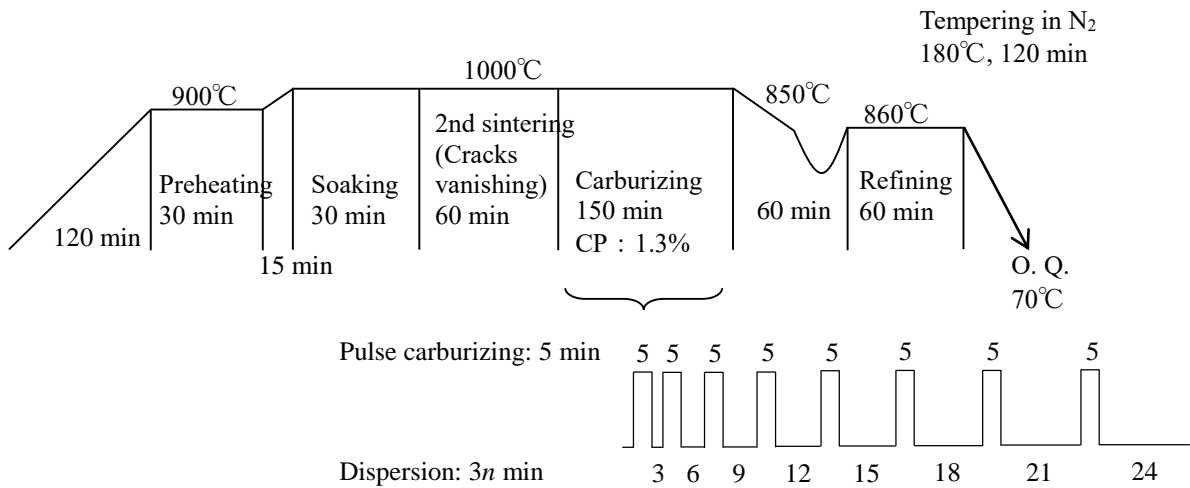
浸炭前の金属組織および衝撃値で二次焼結(2S)の効果を明確化するため, 前章の Fig. 3.2-5 に示したガス浸炭材の曲げ強度試験結果で強度向上の兆候が見られた PS 条件 1025°C以上に注目し, 二次焼結効果が支配的になる PS 時間 20 min, $\rho_{PS} = 7.4 \text{ Mg/m}^3$, CF 荷重 1200 kN で鍛造した $\rho_{CF} = 7.8 \text{ Mg/m}^3$ 試験片に 2S を施した. 2S 時間は実用性を考慮して 1 時間に固定し, 2S 温度(T_{2S})を 900°C, 1000°C, 1100°Cとした.

Fig. 4.3-1 に, 改良浸炭熱処理条件として, 高濃度炭素(CP1.3%), 2S 追加および浸炭時間を延ばしつつパルス真空浸炭とした HT4 (High carbon vacuum carburizing)と, HT4 の最後に浸窒工程を追加した HT5 (High carbon vacuum carbo-nitriding)のヒートプロファイルを示す. ここで, 浸炭雰囲気は C_2H_2 を用い, 真空度は HT2 および HT3 と同じ熱処理炉を用いて 30 Pa 以下とした. 井上は, CP 値を Fe-C 系二元状態図のセメンタイト溶解度曲線: A_{cm} 線上の $\gamma\text{-Fe}$ の炭素飽和値 1.25 mass% C (950°C)を基準とし, 1000°Cで CP1.3%の高濃度浸炭組織が溶製材 SCr420H の高疲労強度および耐摩耗性に有効と結論付けている^{4.14)}. 4.2 節で, 高密度の焼結冷間鍛造材は, 溶製材 SCr420H と同等の浸炭焼入れ性を有することを確認しているため, HT4 および HT5 に CP1.3%を採用し浸炭熱処理を試みた.

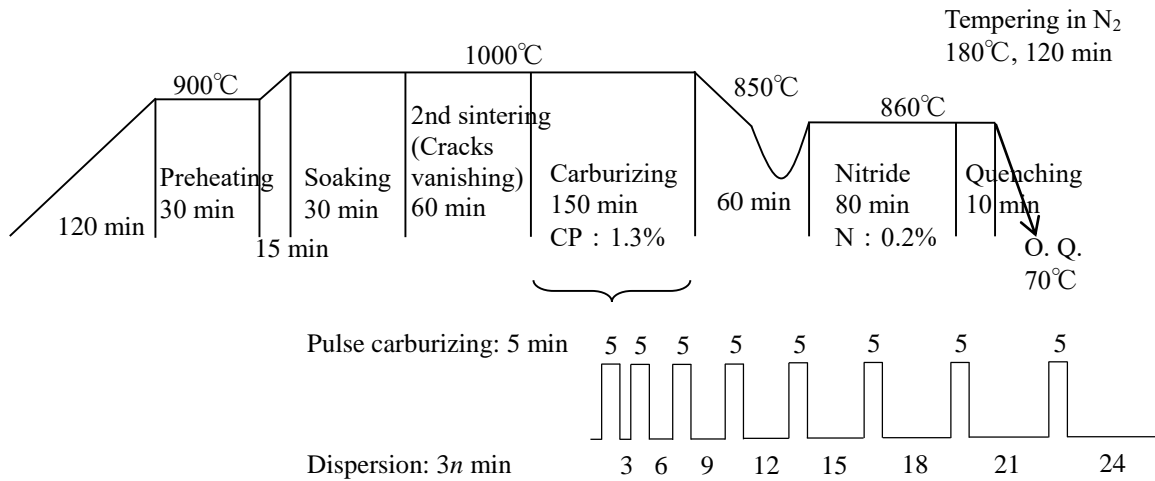
また, 残留オーステナイト(γ_R)の功罪^{4.5, 4.12, 4.15, 4.16)}は長年議論されているが, γ_R の靱性の高さを積極的に活用する事例が増えている^{4.15, 4.16)}. そこで, HT5 では通常より多い γ_R で靱性を高め, 窒素マルテンサイトおよび球状セメンタイトで表層の硬さを確保することのできる, 浸炭層へ過剰な炭素及び窒素を侵入させて焼入れする手法を用いた. ここで, 真空浸炭浸窒熱処理に関する実験式: $\gamma_R [\%] = 27 (C+N)$ ^{4.17, 4.18)}を用い, $\gamma_R = 40\%$ 程度を狙って CP1.3%, N (NH_3 による) 0.2%とした. また, 深い浸炭硬化層の生成および表層炭化物の球状化に有効な, 浸炭 5 min, 拡散 3n (n=1~8) min で拡散時間を段階的に増やすパルス浸炭^{4.19)}とした.

試験分析および観察は, 4.2 節と同条件で, シャルピー衝撃試験, 外観の光学顕微

鏡観察，断面の金属組織観察，マイクロビッカース硬さ(HV)測定，XRD による定量分析(α' -Fe : γ_R : Fe₃C)および残留応力測定，EPMA による元素の面分析，曲げ強度試験，曲げ疲労試験を実施し，各種物性を比較調査した。



(a) High carbon vacuum carburizing: HT4.



(b) High carbon vacuum carbo-nitriding: HT5

Fig. 4.3-1 Heat profiles of advanced vacuum carburizing.

4.3.2 結果および考察

4.3.2.1 焼結冷鍛(PS-CF)材への二次焼結(2S)による衝撃値向上効果

Fig. 4.3-2 に, PS-CF-2S 材のシャルピー衝撃試験結果を示す. 図より, PS 温度 1025°C および 1050°C の場合, 2S 温度(T_{2S})が 1000°C 以上でシャルピー衝撃値(W_t)が飽和することがわかり, W_t は最高で 437 J/cm² に達した. 第 3 章の Fig. 3.3-3 に示した PS 材の衝撃値が最高で約 60 J/cm² であったことから, 高密度材への 2S による衝撃値の飛躍的向上が認められる. このような極めて高い衝撃値が得られた試験片の場合, 振り子が僅かに振り上がったが Fig. 4.3-3 に示すように破断せず, U 字形に塑性変形し衝撃刃に付着したまま試験終了した. そのため, 得られた衝撃値には一部アンビル側面との摩擦損失も含まれていると考えられるが, 計測値を吸収エネルギーと見なした. また, PS 条件 1050°C, 20 min の場合, W_t が飽和し, かつ破断せず大きな塑性変形を起こしているのが, 2S 温度 1000°C および 1100°C であることがわかる. さらに, Fig. 4.3-3 より PS 条件 1050°C, 20 min と比較し, PS 条件 975°C, 20 min でもばら

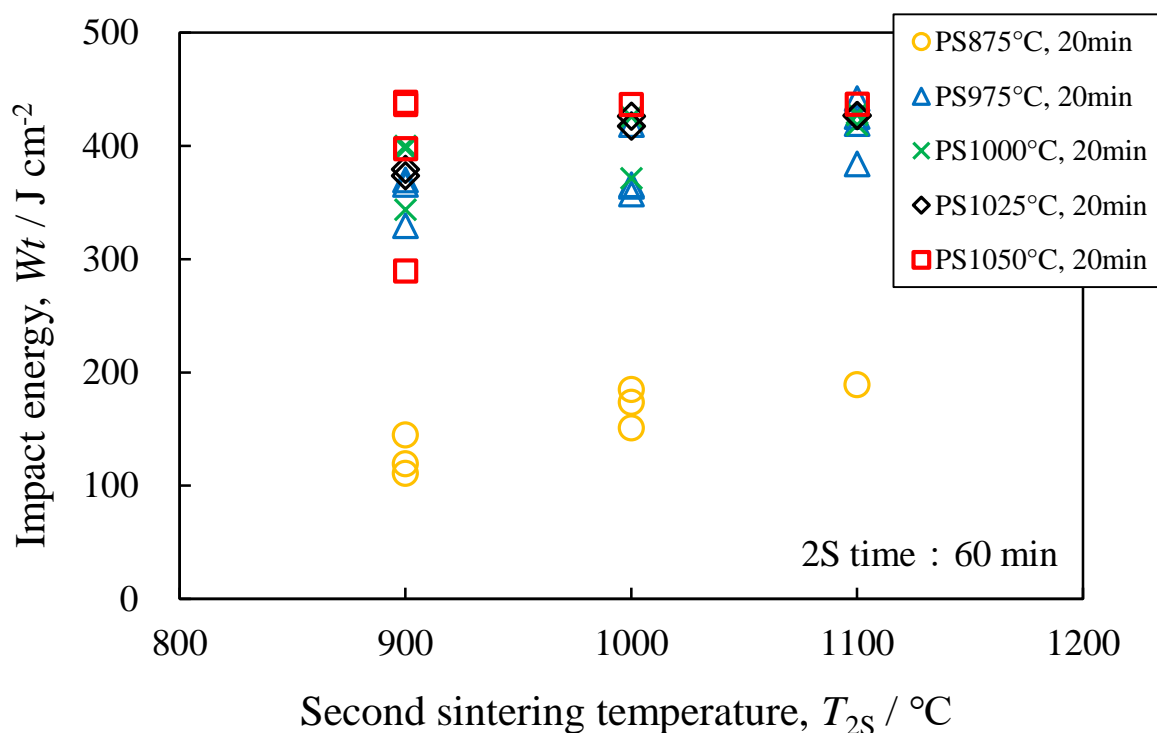


Fig. 4.3-2 Charpy impact energy of PS-CF-2S specimens (ρ_{PS} 7.4 Mg/m³, CF load 1200 kN).

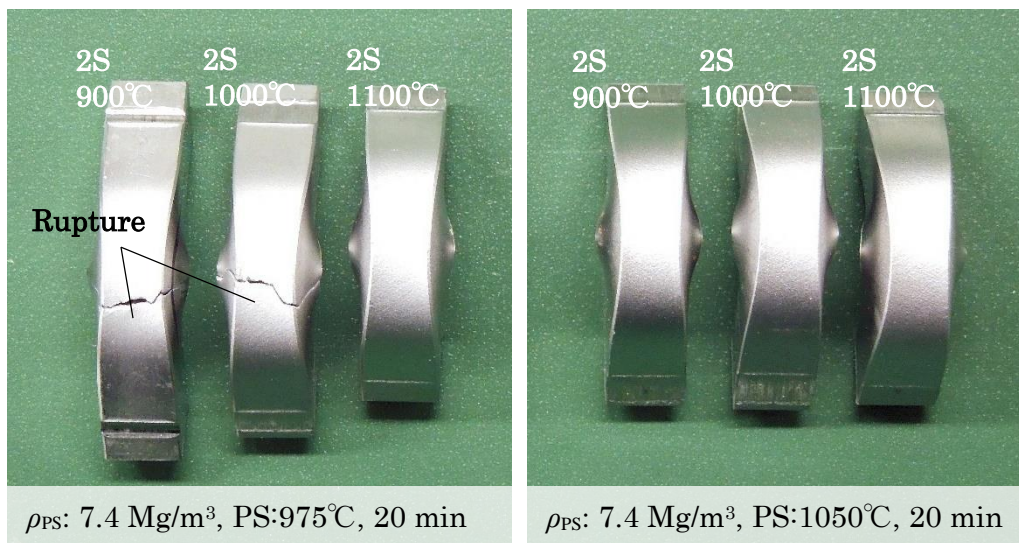


Fig. 4.3-3 General views of PS-CF-2S specimens after Charpy impact test.

つきはあるが 2S 温度 1100°C で同等の塑性変形能を有していることがわかり、これは Fig. 4.3-2 の衝撃値の傾向と矛盾ない結果である。よって、PS 条件 975～1050°C, 20 min であれば、2S 条件 1100°C, 60 min で最高の塑性変形能を得て衝撃値は飽和する、すなわち心部までの焼結が最良の状態になるといえる。特に PS 条件 1050°C, 20 min の場合、2S 条件 1000°C, 60 min が心部までの焼結を最良の状態にする実用的な 2S の必要十分条件とみる。

ここで、この衝撃値の大幅な向上について考察する。第 2 章で述べたように、一次焼結した段階では、Fe 粒子間接触面積は鍛造後と比べると小さいが、その接触部で極低炭素かつ Mo が多い領域での高速な α -Fe の自己拡散と、C がおよそ 0.1mass% 以上存在する又は Mo が少ない領域での低速な γ -Fe の自己拡散が衝撃値を決定づけると考えられる。しかし、高荷重での鍛造後、Fe 粒子間接触面積が顕著に増えると、これまで純鉄粉の表面に付着したまま気孔の内表面に残留していた Mo 粒が純鉄粒子に挟まれ、Mo リッチ部が新たに生成される。すると、第 2 章で述べたように極低炭素の Mo リッチ部では γ -Fe が α -Fe に変化するため^{4.20, 4.21}、 α -Fe 特有の高速な体拡散が主となると考えられる。

また、軟鋼の再結晶温度は 600°C で、冷間鍛造により加工度が高くなると再結晶温度は下がることが一般的に知られており、最低限の再結晶温度で結晶粒は微細化するが、温度が高すぎると粗大化を起こす^{4,22)}。よって、2S 条件 1000°C , 60 min であれば、過度な高温処理のため、軟化すなわち衝撃値の向上と結晶粒の粗大化が起こるものと予想される。

そこで Fig. 4.3-4 に、前述の Fig. 4.3-2 に示した 2S 条件 1000°C , 60 min 材の金属組

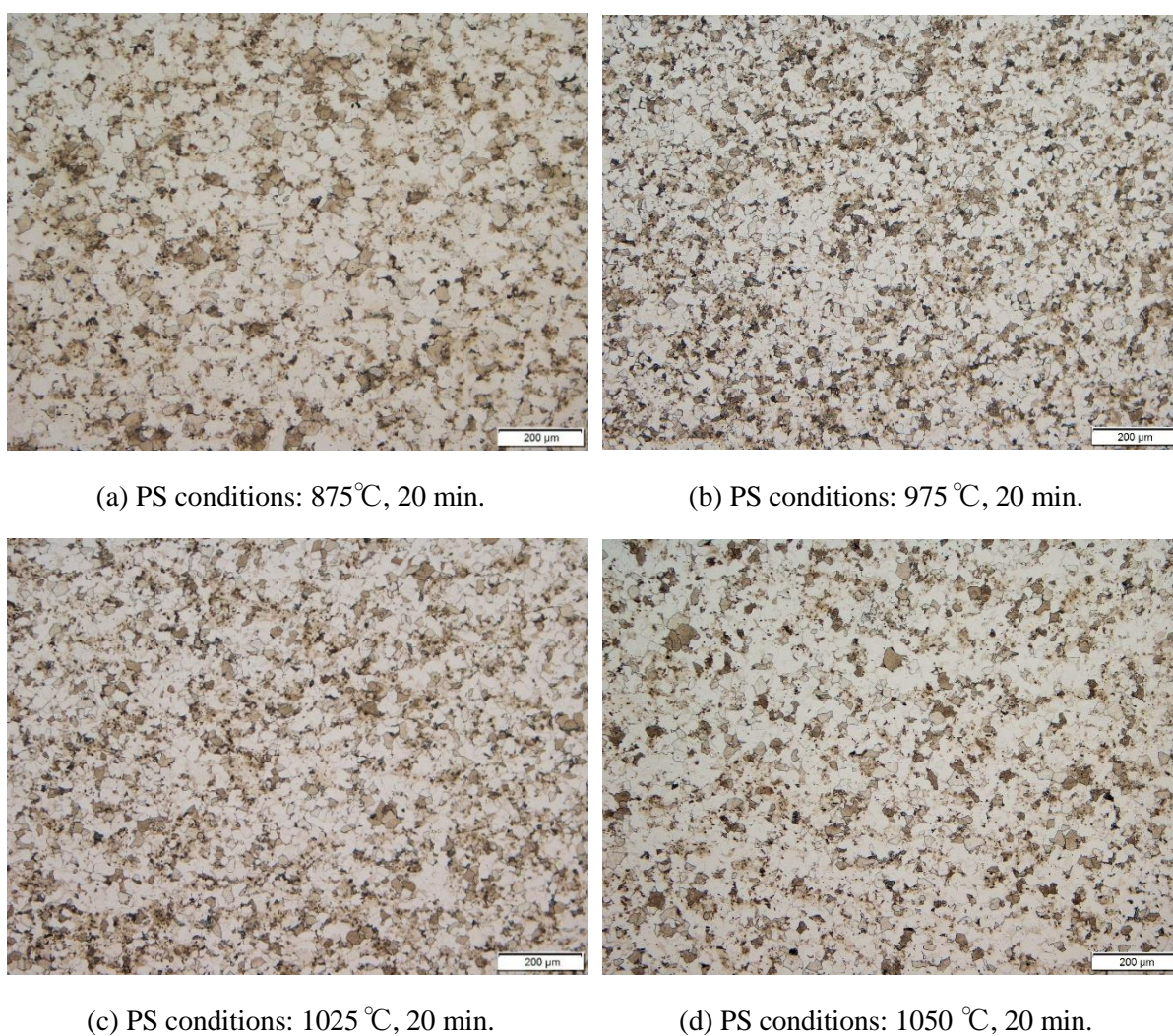


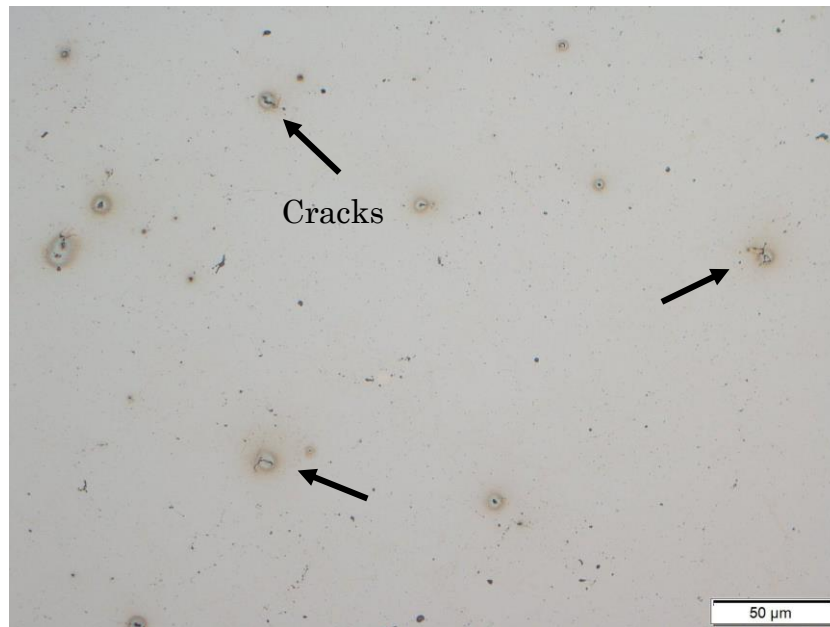
Fig. 4.3-4 Comparison of optical microscope images of PS-CF-2S specimens (ρ_{PS} : $7.4\text{Mg}/\text{m}^3$, CF load: 1200 kN, 2S conditions: 1000°C , 60 min).

織を PS 条件ごとに観察した結果を示す。図から PS 条件 875°C, 20 min ($Wt=170\text{ J/cm}^2$) より, PS 条件 975°C, 20 min ($Wt=377\text{ J/cm}^2$)の結晶粒が微細化していることがわかる。また, PS 条件 1025°C, 20 min でも結晶粒の微細化が見られるが, PS 条件: 1050°C, 20 min では結晶粒が若干大きくなっていることがわかる。

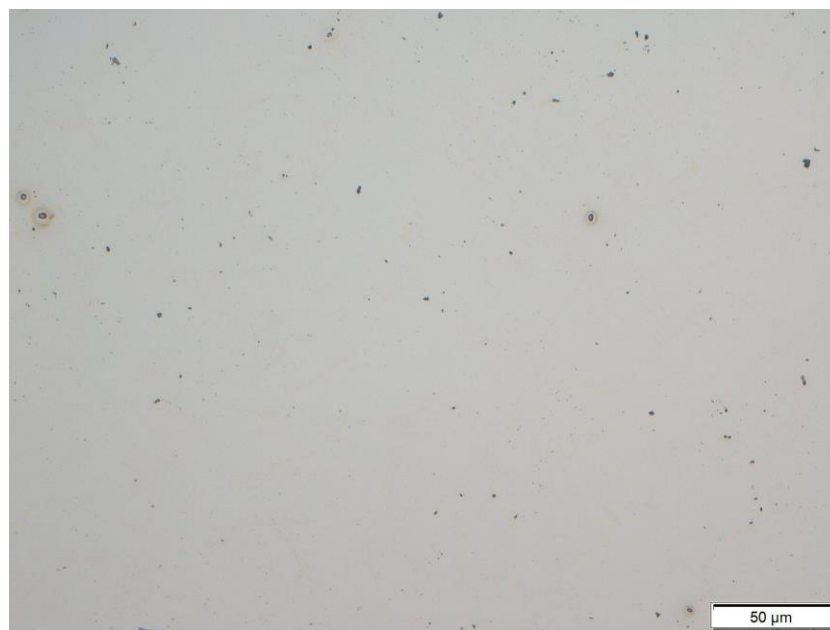
これは, CF 後の高密度組織における高温での高速な $\alpha\text{-Fe}$ の自己拡散であっても, 熱間鍛造で作られる真密度 100%の溶製材とは異なり, 粒子間の真実接触面積が限定的すなわち残留気孔が存在することから, より高温の拡散条件が必要となるためと考えられる。よって, 鍛造により粒子間接触面積が PS のみと比べ大幅に増加し, それに伴い Mo リッチ部も増加したこと, そして 2S 温度 1000°C以上にて, Mo が多い部位で $\alpha\text{-Fe}$ の自己拡散が至る所で発生したことで, 焼結が飛躍的に促進されたと考える。これは Mo 系部分拡散合金粉に有効な工程条件を適用した PS-CF 材への 2S ならではの微細き裂の消失および衝撃値向上現象と推察する。

Fig. 4.3-5 に 2S 材の心部ノンエッチング断面組織を示す。図から, PS 条件 875°C, 20 min の冷鍛材に 2S で 1000°C処理した場合, 明らかに数 μm 程度の微小き裂が残っているが, PS 条件 1050°C, 20 min の冷鍛材に 2S で 1000°C処理した場合, 微小き裂がなくなり, 気孔が球状化していることがわかる。

以上から, 浸炭直前に Fe の自己拡散時間を十分とることの重要性が示された。よって, 高密度 PS-CF 材への 1000°C, 60 min での 2S による拡散促進は, 素材の大幅な強靱化および鍛造によって生じた微小き裂を拡散接合により消失させる効果を持つと考えられる。また, PS, CF, 2S 全ての工程において, 上記以上の条件とすることが靱性に優れた PS-CF-2S 材を実現し, 続く浸炭熱処理工程を有効化すると考えられる。



(a) PS conditions: 875°C, 20 min



(b) PS conditions: 1050 °C, 20 min

Fig. 4.3-5 Non-etched core areas of PS-CF-2S specimens (ρ_{PS} : 7.4Mg/m³, CF load: 1200 kN, 2S conditions: 1000 °C, 60 min).

Fig. 4.3-6 に、2S 処理した PS-CF 材の表層域断面における、拡散接合による微細き裂の消失状態が確認できる SEM 像を示す。図の上側中央の最表面から、深さ方向すなわち下に約 5 μm 入ったところに、粒界き裂の跡と考えられる微細な球状化気孔が粒界跡に沿って水平方向に波打って並んでいるのがわかる。また、深さ約 5 μm までの領域より下の金属組織は、球状化した残留気孔が僅かに散在しているだけで、極めて高密度化された状態となっていることがわかる。よって、微細き裂が鍛造で圧接され、これが 2S による拡散接合により消失し、さらに焼結が促進され残留気孔も球状化した結果、極めて優れた靱性が備わったと考えられる。

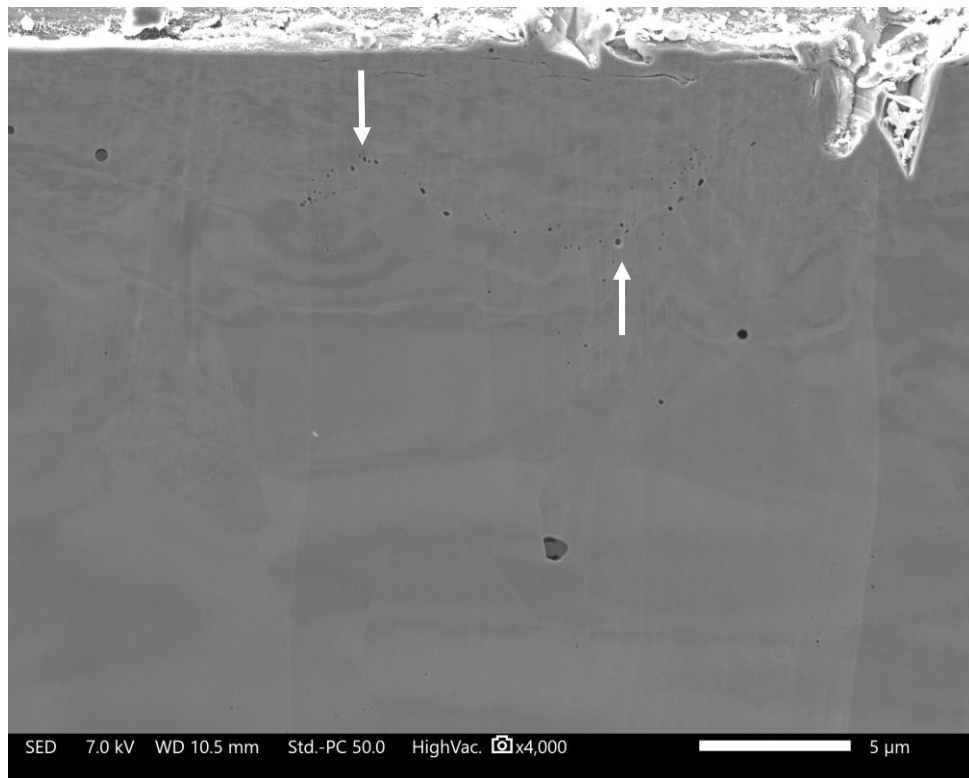


Fig. 4.3-6 Cross section image of surface layer of PS-CF-2S specimen (ρ_{PS} : 7.4 Mg/m^3 , PS conditions: 1050 $^{\circ}\text{C}$, 20 min, CF load: 1200 kN, 2S conditions: 1000 $^{\circ}\text{C}$, 60 min).

4.3.2.2 改良熱処理材の金属組織および硬さ評価

Fig. 4.3-7～Fig. 4.3-10 に，HT4，HT5 材の金属組織(表面，心部，表層域断面，角部断面) および表面から心部までの硬さ分布を示す。

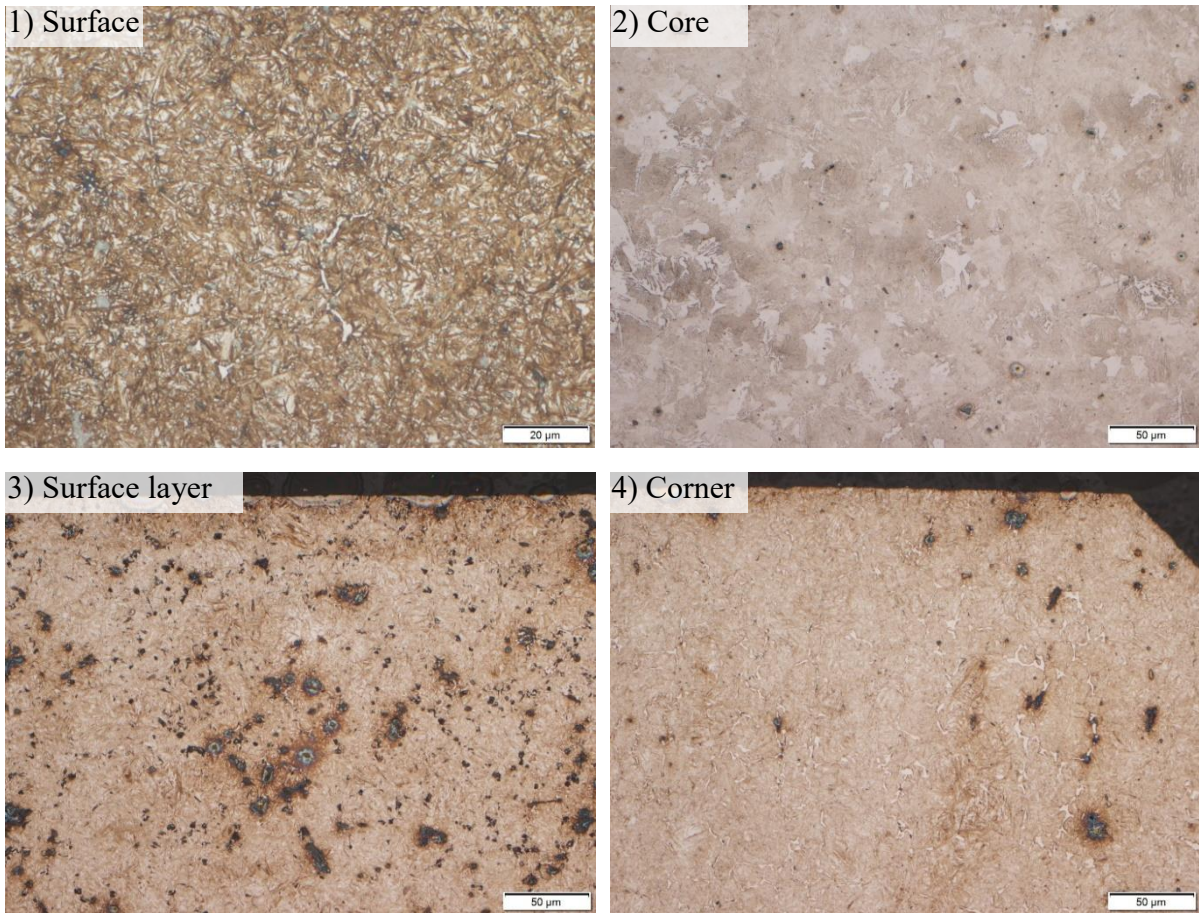
PS-CF-HT4 材は，表面および表層域に焼戻しマルテンサイト(針状，茶色)，針状組織の隙間にある γ_R (白色)および微細セメンタイト粒(白色粒状)が確認できる。また，HT1～HT3 材同様，C および Mo がやや偏析し不均一な金属組織となっているが，エッチングによる着色の濃淡差が少なく，HT1～HT3 材よりは均一な浸炭焼入れ焼戻し組織である。角部は表面に微細なセメンタイト粒が析出し，塑性流動による高密度化および拡散時間の確保で更に均一な金属組織となっている。心部組織も HT1～HT3 材と同様，低炭素マルテンサイトの焼戻し組織であるが，金属組織内の C が十分に拡散しており，より組織が平均化されているとみられる。

SCr420H の HT4 材は，表面および表層域に焼戻しマルテンサイト(針状，茶色)，針状組織の隙間にある γ_R (白色)および微細セメンタイト粒(白色粒状)が確認できる。また，角部が真空浸炭におけるエッジ効果で過剰浸炭され，網目状セメンタイトが多量析出している。これは，Cr は炭化物の形成を促進する元素^{4.23)}なので，Mo よりもエッジ効果で網目状炭化物が出やすいためと考えられる。心部組織は，低炭素マルテンサイトと遊離フェライトの混合組織となっているが，一部に層状フェライト組織が残存している。

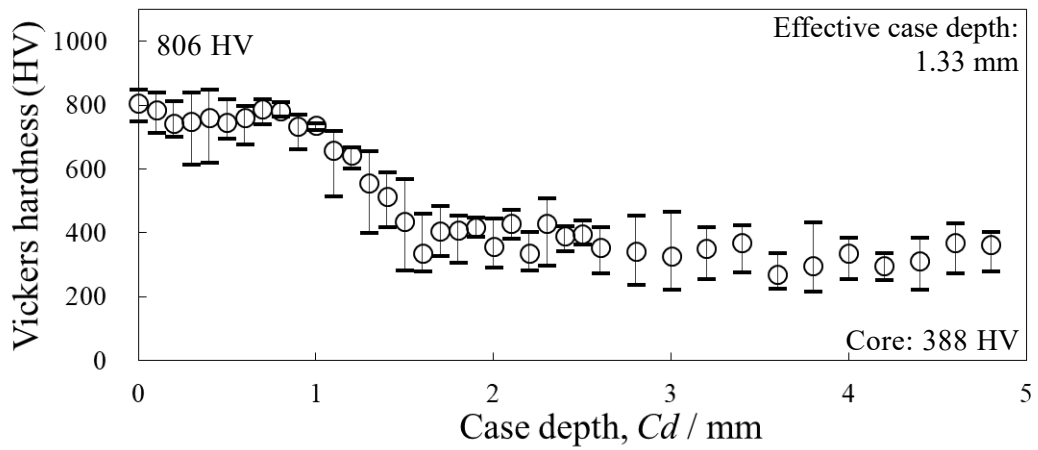
PS-CF-HT5 材は，表面および表層域に微細な焼戻しマルテンサイト(針状，茶色)，針状組織の隙間にある γ_R (白色)および微細セメンタイト粒(白色粒形状)の混在する金属組織である。角部も同様であるが，特に C および Mo の偏析が少ない金属組織である。心部組織は HT4 と同様の低炭素マルテンサイトの焼戻し組織である。

SCr420H-HT5 材も，表面および表層域にマルテンサイト(針状，茶色)，針状組織の隙間にある γ_R (白色)および析出セメンタイトが確認できる。角部が真空浸炭

におけるエッジ効果で過剰浸炭され，網目状セメンタイト(白色)が多量析出している．心部組織は，浸炭温度 1000°Cの影響を受けてCの溶解込み量が多く，Fig. 4.2-5 に示した HT1 のガス浸炭組織に比べて遊離フェライト量は少なくなっていることがわかる．よって，浸炭前の 2S による拡散工程追加は，特に PS-CF 材には有効と考えられる．

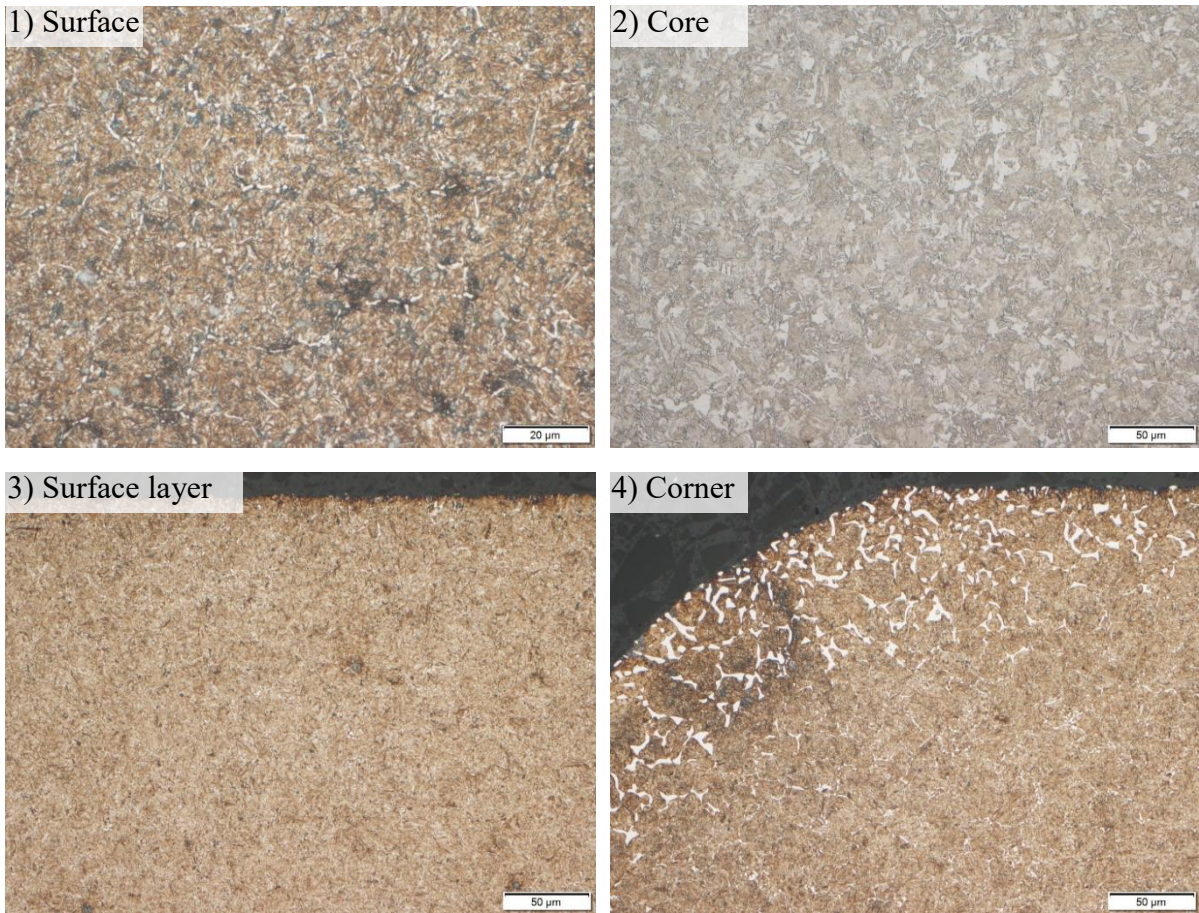


(a) OM images of surface and cross sections.

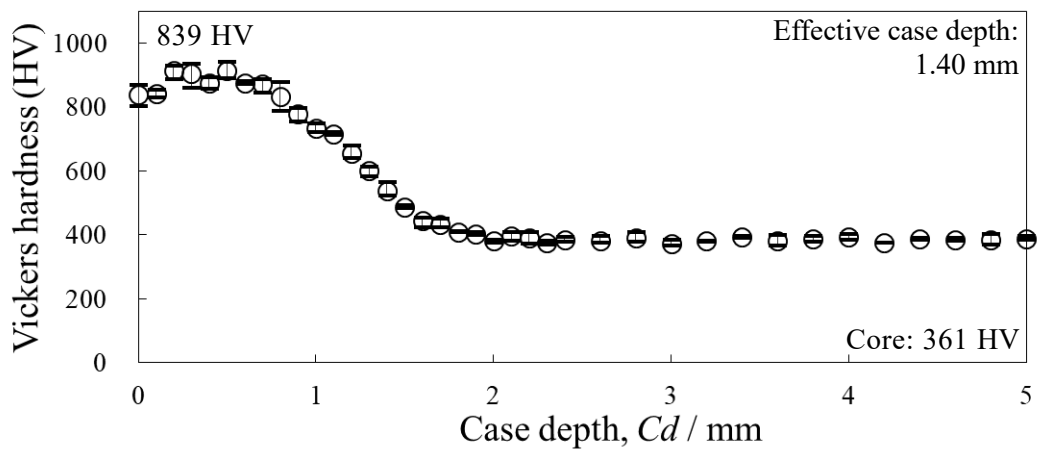


(b) Hardness profile.

Fig. 4.3-7 Hardness profiles and microstructures of PS-CF-HT4 specimen.

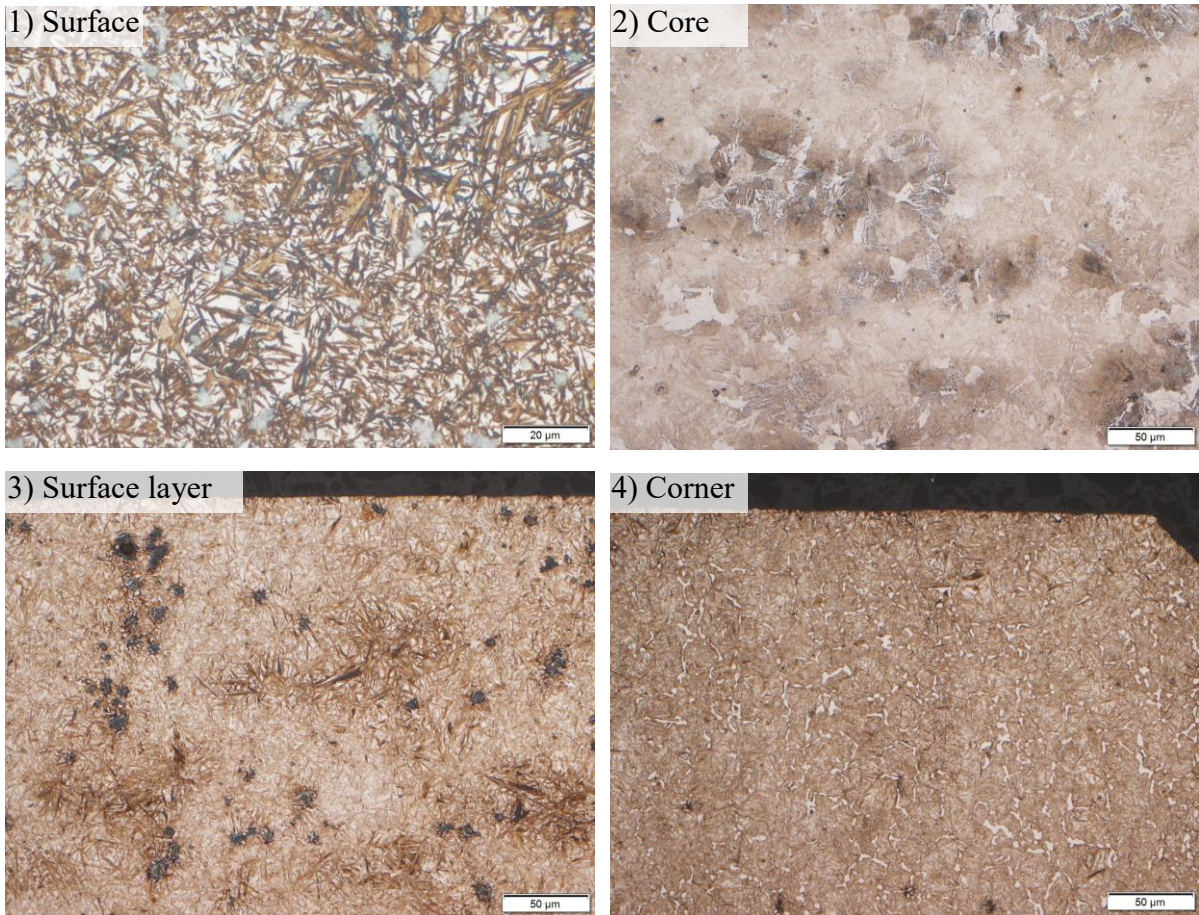


(a) OM images of surface and cross sections.

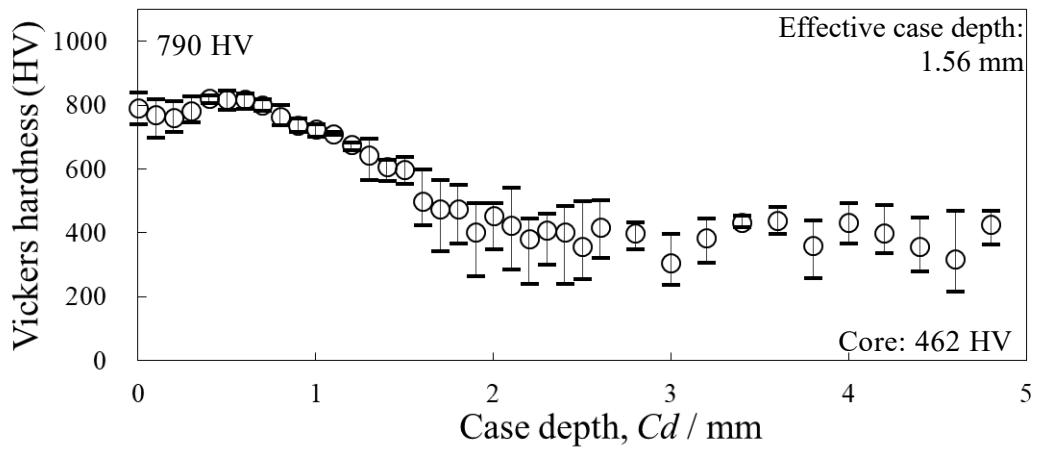


(b) Hardness profile.

Fig. 4.3-8 Hardness profiles and microstructures of SCr420H-HT4 specimen.

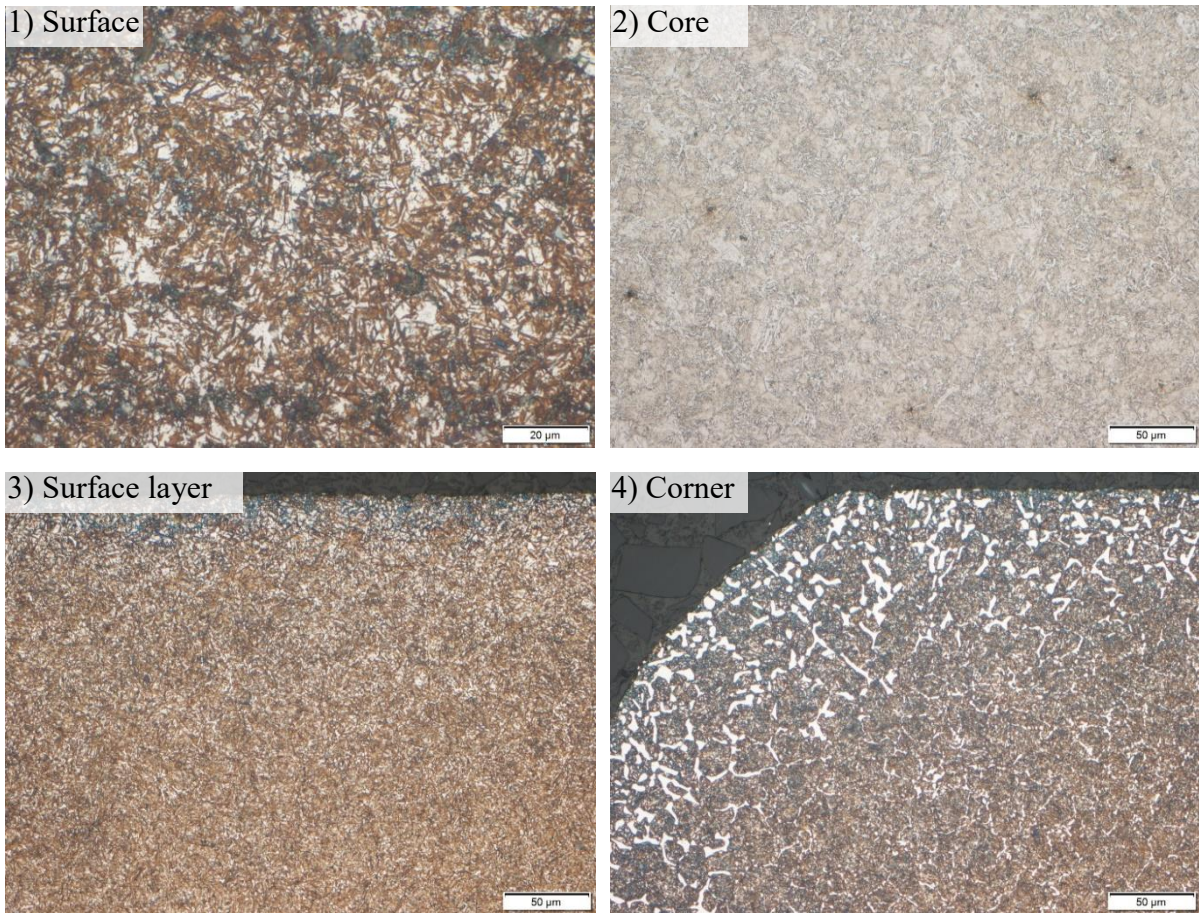


(a) OM images of surface and cross sections.

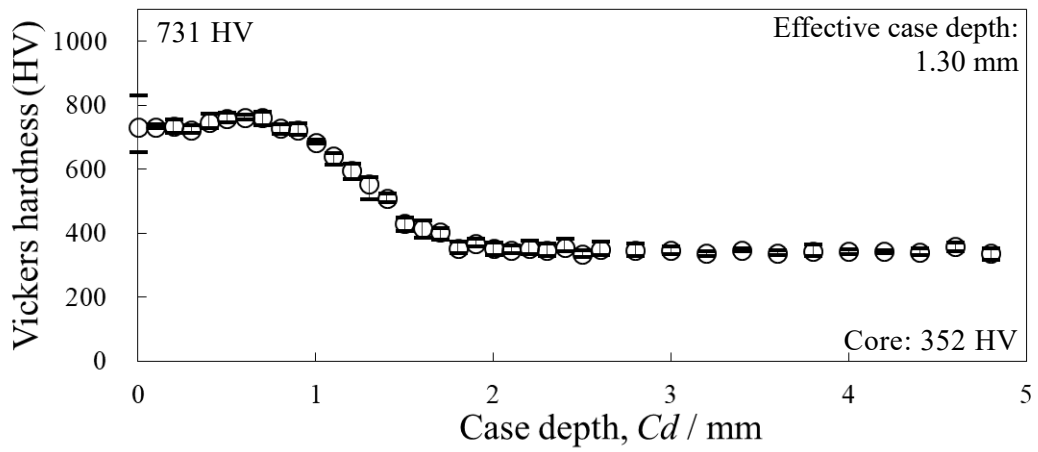


(b) Hardness profile.

Fig. 4.3-9 Hardness profiles and microstructures of PS-CF-HT5 specimen.



(a) OM images of surface and cross sections.



(b) Hardness profile.

Fig. 4.3-10 Hardness profiles and microstructures of SCr420H-HT5 specimen.

Fig. 4.3-11 に PS-CF 材および溶製材 SCr420H の浸炭熱処理後の硬さ測定結果のまとめを示す。

図から、表面硬さ(青線)について、PS-CF 材の HT4 および HT5 処理では、安定して高いことがわかる。γ_R 値の詳細は後述するが、SCr420H の HT5 材は最も高い γ_R(45.5%)の影響で表面硬さが HT4 材より低くなっている。PS-CF 材には 1 mass%Mo が、SCr420H には 1 mass%Cr が入っている。同じ 1 mass%で比べると焼入性倍数は Cr の方が若干低い^{4.10)}ため、Cr 含有組織は Mo 含有組織より γ_Rを増加させる効果が強く、マルテンサイトと γ_Rの平均値となる浸炭層の硬さを低下させると考えられる。

心部硬さ(赤線)について、HT5 処理した PS-CF 材は、HT1~HT5 処理材の中で最高の 462 HV であった。溶製鋼の場合、炭素 0.2 mass%および 0.35 mass%に相当する硬さは、それぞれ 400 HV および 600 HV^{4.12)}である。よって、HT5 処理した PS-CF 材の心部硬さは、十分拡散時間を確保したため、SCr420H の標準的な心部

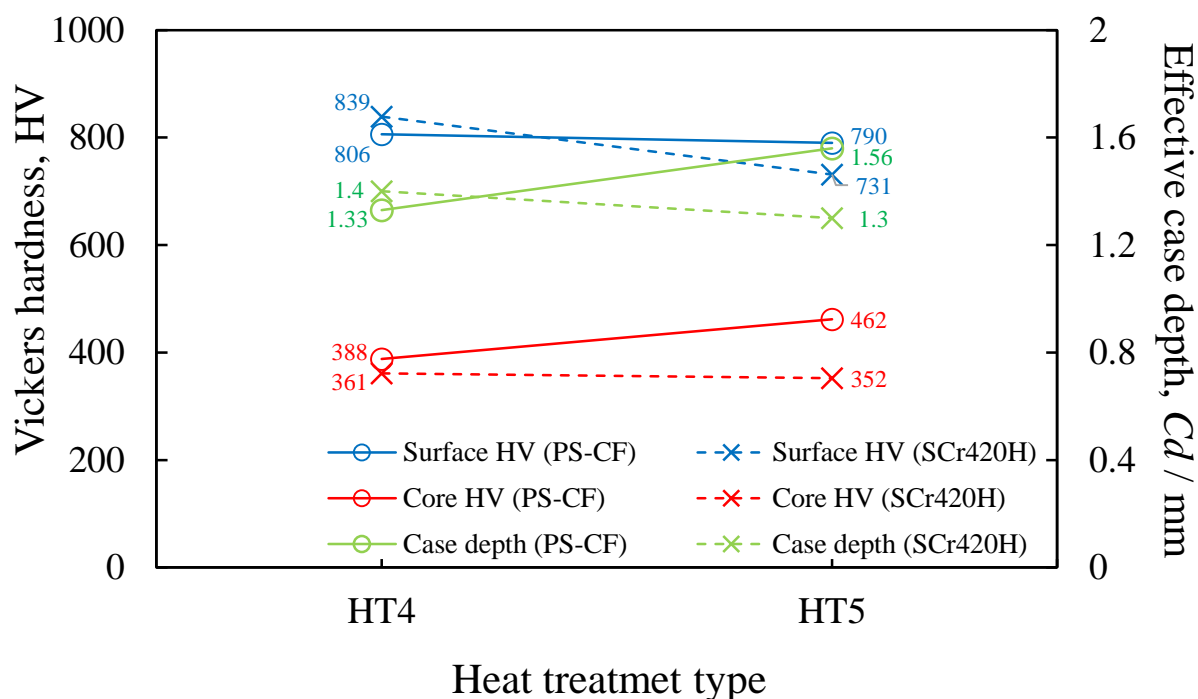


Fig. 4.3-11 Results of Vickers hardness test of heat-treated specimens.

硬さ(400 HV)を上回ったと考えられ、高い機械的特性が期待できる。HT4 および HT5 処理した SCr420H の心部硬さは、HT1～HT3 処理材の中で最低であった HT1 (390 HV)を更に下回る値となった。この原因を考察すると、Fig. 4.3-1 のヒートプロファイルに示したように、HT4 および HT5 処理は 1000℃で浸炭後、一旦炉内の前室に移動して自然に降温した際に α -Fe が析出し、その後 860℃への加熱で変態遅れによる α -Fe が残留した状態での焼入れとなっているためと推測する。その結果、Fig. 4.3-8 および Fig. 4.3-10 の心部組織からわかるように、強度の劣る遊離フェライトが粗大粒として、また粒界にも析出して硬さが低くなっていると考えられる。

有効硬化層硬さ(緑線)について、HT4 の場合、PS-CF 材および SCr420H はほぼ一致する。しかし、HT5 の場合、PS-CF 材の方が SCr420H より浸炭層が 0.26 mm 深くなっている。これは、Mo の方が Cr より若干焼入れ倍数が高く、浸窒による硬化層押し込み効果^{4,24)}が高密度焼結材にも発現しているためと考えられる。

以上から、一次焼結、冷間鍛造および二次焼結の有効条件の採用により、PS-CF-HT4 および HT5 材は溶製材と同等の浸炭焼入性を有し、十分な C の拡散および Fe の自己拡散により心部硬さも優れることがわかった。

4.3.2.3 改良熱処理材表面の残留応力および金属組織の構成比

Table 4.3-1 に HT4 および HT5 熱処理材表面について、Fig. 4.2-2 に示した XY 方向残留応力および表面金属組織の構成比の XRD 定量分析結果を示す。表から、PS-CF 材の表面残留応力は全て圧縮応力で、HT1～HT3 材(Table 4.2-2 参照)と大きな差がないことがわかる。よって、HT1～HT5 処理の表面残留応力による機械的特性への影響は、考慮しなくてよいレベルと考えられる。

また、金属組織だけでなく、XRD 定量分析により得られた構成比からも、HT4 および HT5 でセメンタイトの析出があることがわかるが、HT4 が特に多量に析出していること、Table 4.2-2 に示した HT3 の γ_R が 20.4%に対し HT4 の γ_R は 23.4% と大きな差がないこと、HT5 の γ_R が 35%と多く出ているが SCr420H の HT5 材 (45.5%)より少ないことがわかる。これは、焼入性倍数が Cr の方が Mo より若干低い^{4.10)}ため、Cr 含有組織は Mo 含有組織より γ_R を増加させる効果が強いことに起因すると推測される。

Table 4.3-1 Results of residual stress and quantitative analysis for heat-treated specimens.

Specimen	Heat treatment	Residual stress σ_R [MPa]		Ratio of microstructure by XRD quantitative analysis [%]		
		X -axis	Y -axis	Martensite (α' -Fe)	Austenite (γ_R)	Cementite (Fe_3C)
PS-CF-HT4	High-carbon vacuum carburizing	-98	-100	64.20	23.40	12.30
PS-CF-HT5	High-carbon vacuum carburizing	-91	-143	63.30	35.00	1.70
SCr420H-HT5	vacuum carburizing and nitriding	-100	-119	51.40	45.50	3.10

4.3.2.4 高濃度真空浸炭浸窒材表層断面の元素分布

Fig. 4.3-12 に PS-CF-HT5 材の表層域断面の EPMA 面分析結果を示す。図から、浸窒により、窒化のような硬く薄い窒化層が生成されるのではなく、表面から窒素が拡散浸透していること、およびその深さが表面から 100 μm 程度とわかる。この結果を Fig. 4.3-9 の硬さ分布および Table 4.3-1 の構成比の結果と併せてみると、HT5 処理で高密度焼結材は溶製材同様に窒素マルテンサイトを生成して、浸炭による C を内部に押し込み硬化層をより深くし、また浸窒により表層域で Fe-N 系二元状態が成立し γ_R 域の拡大と A_1 変態点を低下させ、C と共に M_s 点を下げる (4.24 - 4.26) ことで相対的な高温焼入れ状態となり、 γ_R を増加させているとわかる。

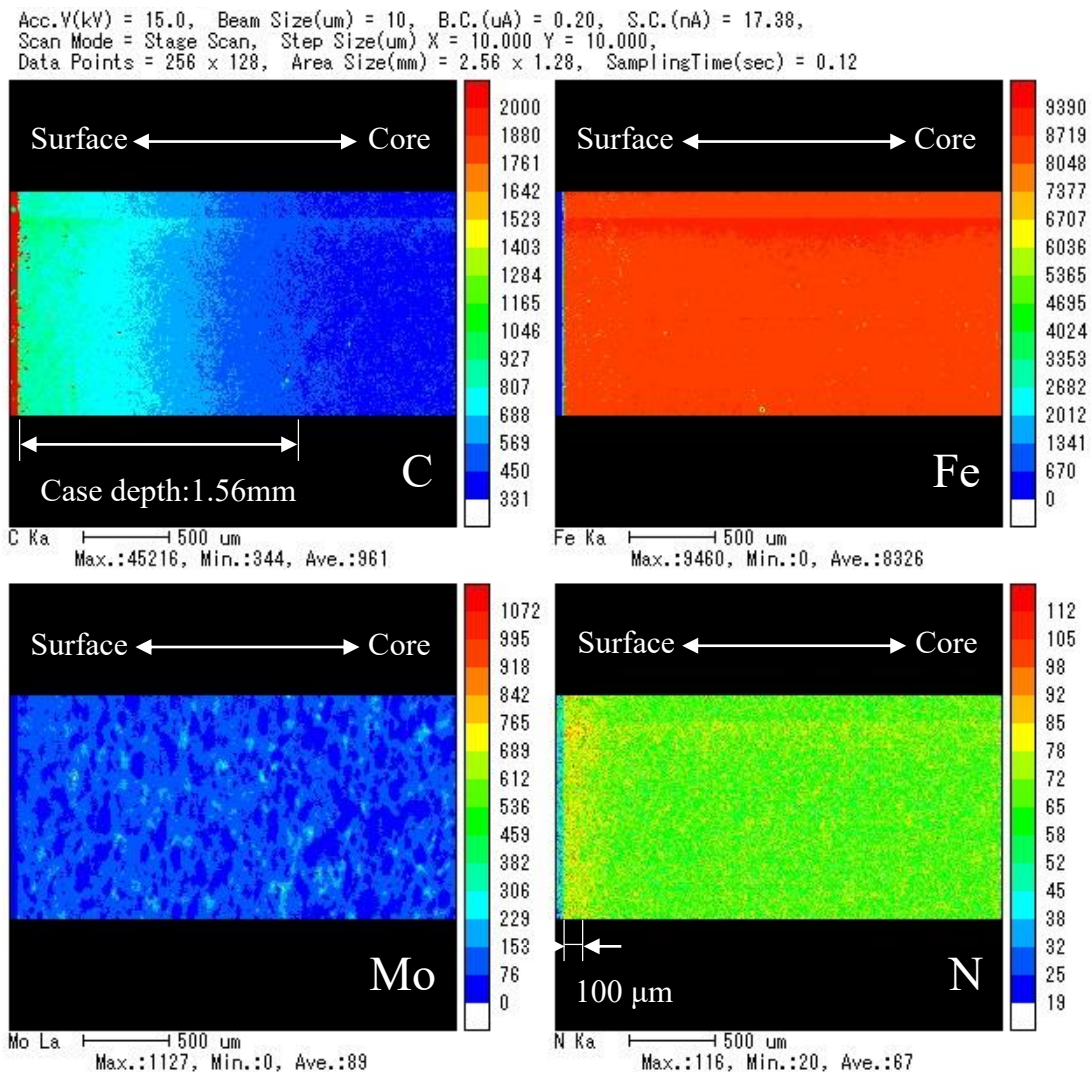


Fig. 4.3-12 Element mapping images of cross section of surface layer for PS-CF-HT5 specimen.

4.3.2.5 改良熱処理材の衝撃値評価

Fig. 4.3-13 に PS 条件 1075°C, 60 min, CF 荷重 1200 kN での PS-CF 材と溶製材 SCr420H をそれぞれ HT4 および HT5 処理し, 衝撃試験を行った結果を比較用の PS-CF-HT1 材の結果と共に示す. 図から, 衝撃値(Wt)は PS-CF-HT1 材が最も高いことがわかる. これは, 他よりも浸炭硬化層が薄いためと推測される. また, PS-CF-HT4 材も HT1 材と同レベルのものもあるが, き裂が進展し易いため, 衝撃作用時間にばらつきが大きいと考えられる. PS-CF-HT5 材は, き裂発生までの耐久荷重に相当する最大衝撃荷重(F_i)が最も高いことがわかる. PS-CF-HT4 材および同 HT5 材の Wt が HT1 材以下となっているのは, 浸炭硬化層の厚さが影響し, 2S の拡散接合による微細き裂の消失および気孔の球状化ができていても表層のき裂進展速度が速いため, すなわち衝撃荷重に対するき裂感受性が高いためと考えられる. 全ての HT 材に共通する衝撃荷重の急低下までの波打った衝撃波形は, HT1~HT3 材と同様に重乗波と考えられるが, 第 3 章の非熱処理材とは明らかに異なる現象であるので, 今後検討が必要である.

また, 図から, PS-CF 材の衝撃特性は, 衝撃作用時間(t), F_i および Wt において, 同じ HT5 処理で SCr420H より優れることが確認できた.

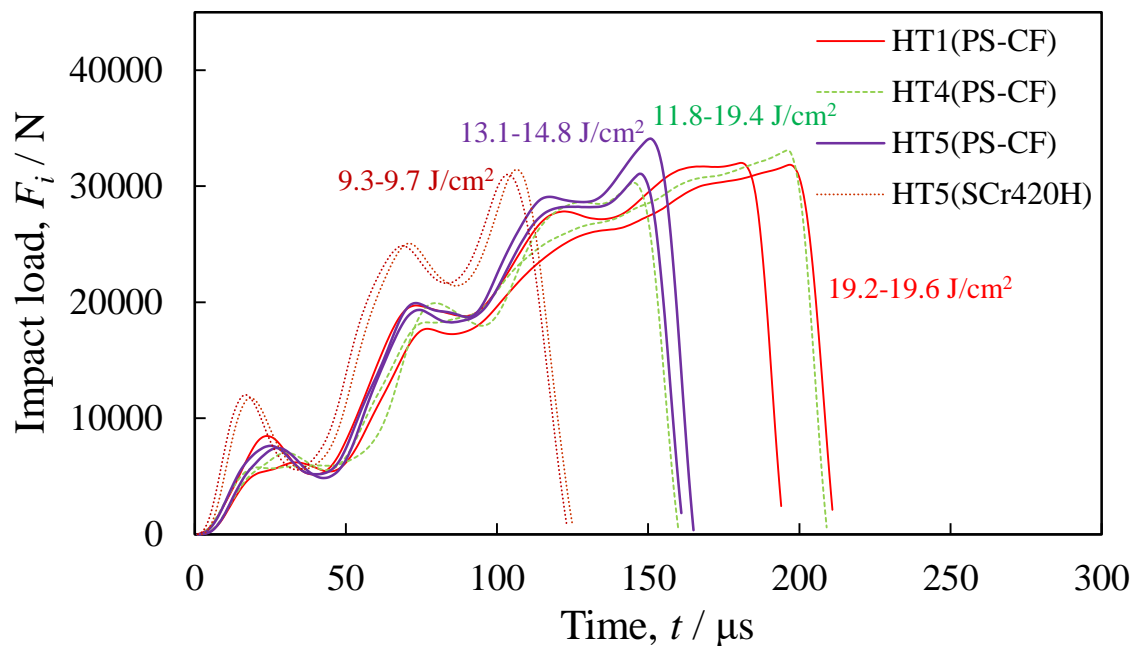


Fig. 4.3-13 Impact load profiles and energy of heat-treated specimens.

4.3.2.6 熱処理材の曲げ強度評価

Fig. 4.3-14 に，比較用の PS-CF-HT1 材と併せて HT4，HT5 材の曲げ強度試験結果および心部硬さを示し，参考に PS-CF 材の平均衝撃値も記した．図から，SCr420H は曲げ強度と心部硬さに相関はなく，曲げ強度と有効硬化層深さ (HT1: 0.60 mm, HT4: 1.40 mm, HT5: 1.30 mm) が連動していると考えられる．すなわち，浸炭硬化層が深くなるにつれ，初期き裂を起点としてき裂が進展し易く，その結果曲げ強度が低下するとみられる．

PS-CF 材は 2S 処理を含む HT4 処理をすることにより，高い曲げ強度が得られた．これは 2S による拡散促進すなわち焼結ネックの成長，微細き裂の拡散接合および気孔の球状化が，その後の浸炭熱処理を活かしていると考えられる．HT5 は HT4 に浸窒を追加した工程で HT4 より更に拡散が進んでいると考えられ，心部硬さは PS-CF 材として最高だが曲げ強度は HT1 程度である．これは Table 4.3-1 に示した

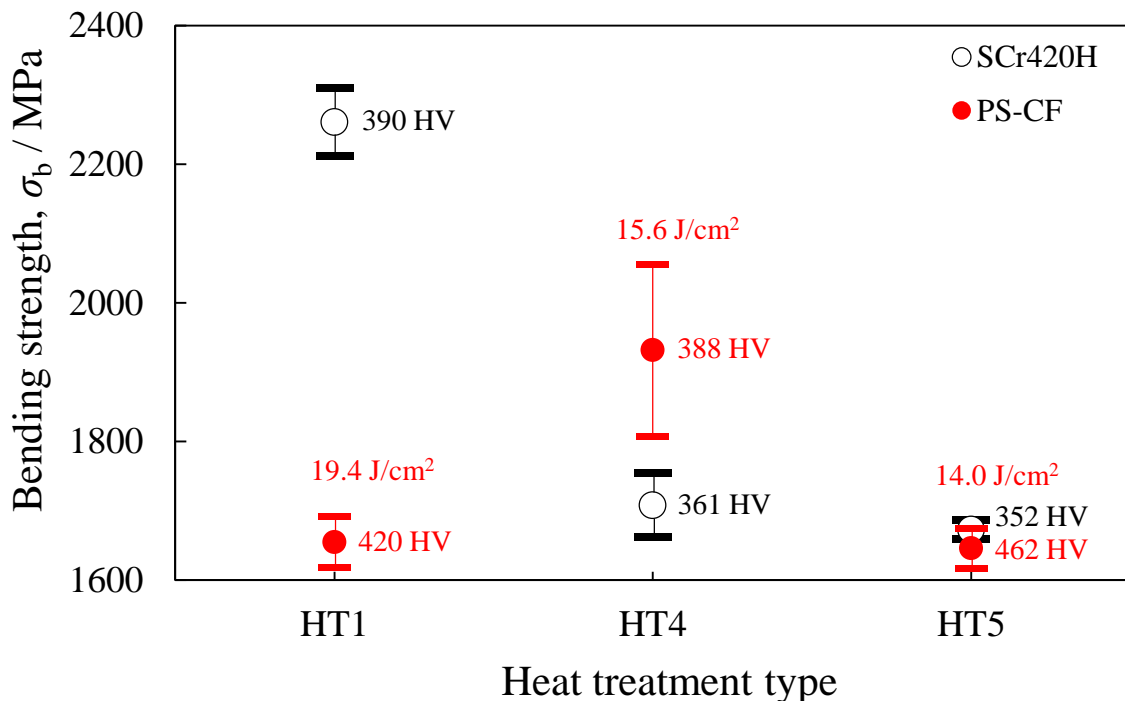


Fig. 4.3-14 Relationship of bending strength, hardness and impact value for heat-treated specimens.

ように、HT5 すなわち浸炭浸窒処理特有の表層に軟らかい γ_R が多いため、曲げ強度低下と推測する。菊池は、SNCM 系浸炭浸窒鋼の表層に生成される多量の γ_R は、疲労き裂先端の塑性変形でマルテンサイト変態を起こし、き裂を停留させる効果(疲労き裂の停留効果)があるため、 γ_R は疲労強度に悪影響を及ぼさないと結論付けている^{4.15)}。

高密度化および 2S により Fe の自己拡散を大幅に促進し、表層金属組織の微細き裂を消去した HT4 および HT5 処理は、熱処理後の衝撃値を比較した場合に大差なく、曲げ強度に優れる HT4 と心部硬さに優れる HT5 の優劣をこの時点で判断することは困難である。よって、最終目標である疲労強度で、最良の熱処理条件を確認することとした。

4.3.2.7 改良熱処理材の曲げ疲労強度評価

Fig. 4.3-15 に熱処理材の曲げ疲労強度試験結果として S-N 線図を示す. 図から, 繰返し最大曲げ荷重(σ_{\max})が 1060 MPa 以上で, PS-CF 材は SCr420H より長寿命のものもあるが, HT1 材および HT4 材は特段優れていないことがわかる. この結果から Fig. 4.2-13 の HT1~HT3 材の疲労試験結果を含めて考察すると, HT1~HT3 材は硬化層が HT4 材より浅く疲労に有利であるにもかかわらず, 鍛造により生成された微細き裂が拡散接合により消失するまでに至らなかったことにより, 硬さ, 衝撃値および曲げ強度に関係なく HT4 材同様に優れた疲労強度が得られなかったと考えられる. また, 2S を導入した HT4 材では γ_R が HT5 材より少なく, かつ析出セメンタイトが非常に多い(Table 4.3-1 参照). さらに金属組織に網目状セメンタイトも見られ(Fig. 4.3-7 参照), 表面に発生したき裂が進展し易い組織であったため, 優れた疲労強度を得られなかったと考えられる.

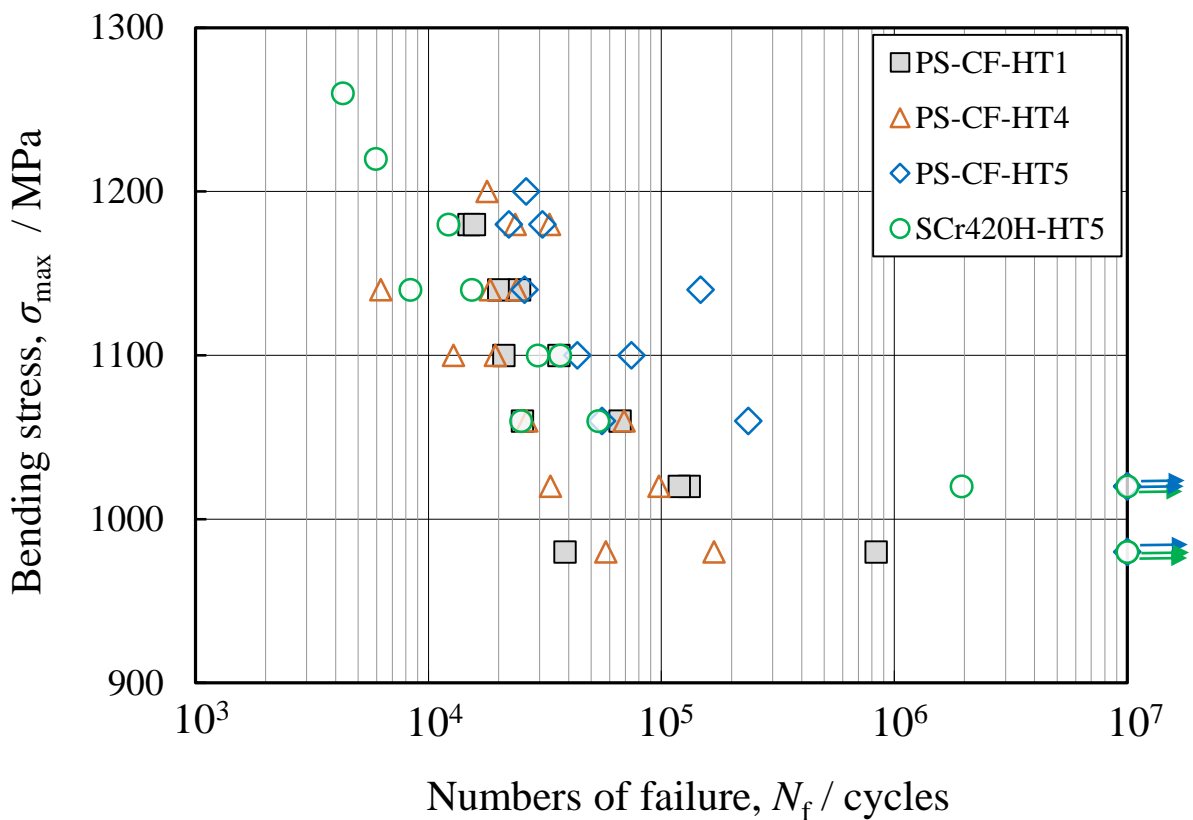


Fig. 4.3-15 S-N diagrams of heat-treated PS-CF and wrought steel specimens.

浸炭浸窒処理により、最も硬化層を深くした PS-CF-HT5 材は、最も長時間 Fe が自己拡散し、Fe 粒子表面に付着していた C が焼結金属組織全体に広がり心部硬さが最高となったと考える。また、Fig. 4.3-6 に示した 2S による微細き裂の消失に加え、浸炭浸窒処理による多量の γ_R で表層の疲労き裂の停留効果を有しているため、評価した PS-CF 材中で最も疲労強度に優れていると推測する。そのため、PS-CF-HT5 材は曲げ強度が低いにもかかわらず、疲労強度は HT1 材より明らかに優れていると考えられる。

以上から、2S で素材全体の C、Mo の拡散および Fe の自己拡散を促進することで微細き裂を消失させた上で気孔を球状化し、さらに高濃度炭素の真空浸炭浸窒で硬化層を深くし、窒素マルテンサイトとセメンタイトで硬い表面を得て、残留オーステナイトで表面のき裂進展を抑制することで、HT5 材は高疲労強度を実現したと考えられる。また、疲労強度に悪影響を及ぼさない表層の球状セメンタイトから耐摩耗性も期待できる。

4.4 結言

金属組織の改質および表層域の微細き裂消失により機械的特性を向上させる目的で、有効条件(一次焼結(PS) : 1075°C, 60 min, 7.4 Mg/m³, 冷間鍛造(CF) : 1200 kN)で作製した焼結冷間鍛造(PS-CF)材に各種浸炭熱処理を施し、特性を調査した。その際、ガス浸炭、真空浸炭、二次焼結を含む真空浸炭および真空浸炭浸室処理を行い、金属組織と機械的特性の変化および疲労強度の向上効果について調査した。得られた成果は以下のとおりである。

- 1) 高密度焼結冷間鍛造材は、ガス浸炭および真空浸炭処理において、溶製材 SCr420H と同等の浸炭焼入れ性を有する。これは高密度化で Fe 粒子間接触面積が増加した後の熱処理により、Fe の自己拡散が促進されたためと考えられる。
- 2) 高密度焼結冷間鍛造材への二次焼結(2S: 1000°C, 60 min)により、心部まで C, Mo, Fe の拡散が進み、鍛造で表層に生成された微細な粒界き裂が拡散接合により消失し、残留気孔が球状化したことで、優れた衝撃値 437 J/cm² が得られた。これは、2S 処理しない焼結材の最大衝撃値 65.9 J/cm² と比べ極めて高い。これは、高密度化で Fe 粒子間接触面積が増加した後の二次焼結の際、極低炭素の Mo リッチ部で γ -Fe が α -Fe に変化するため、 α -Fe 特有の高速な体拡散が主となり、自己拡散が促進されたためである。
- 3) 高密度焼結冷間鍛造材への高濃度炭素での真空浸炭浸室処理により、鍛造での微細き裂を拡散接合で消失させて気孔を球状化し、耐摩耗性に有利な球状セメントライトを含む硬い表面および深い硬化層としながらも、表層に残留オーステナイト組織を有するためき裂進展を抑制可能な高疲労強度焼結材を実現した。

参考文献

- 4.1) 天野富男, 中川威雄, 小原邦夫, 西野良夫: 純鉄および低合金鋼焼結体の冷間鍛造性, 塑性と加工, Vol. 18 (1977) pp. 276-283.
- 4.2) 中川威雄, 天野富男: 純鉄粉の焼結冷鍛, 塑性と加工, Vol. 17 (1976) pp. 53-60.
- 4.3) 日本機械学会: 金属材料疲労強度の設計資料 (II), 丸善, (1984) p. 126.
- 4.4) 藤木榮: 表面強化処理鋼の疲労強度と破壊破断面の見方, 日刊工業新聞社, (2008) p. 149, p. 171.
- 4.5) 本間八郎, 重松道弘: 浸炭部品の疲れ強さについて, 熱処理, Vol. 10 (1970) pp. 216-222.
- 4.6) 原田仁平: 材料分析における粉末 X 線回折法 MiniFlex の利用, 丸善プラネット, (2015) p. 94.
- 4.7) B. D. Cullity, 松村源太郎: X 線回折要論, アグネ承風社, (1980) p. 354.
- 4.8) 日本材料学会: X 線応力測定法標準(2002 年版)-鉄鋼編-, (2002) p. 79.
- 4.9) 森田敏之, 梅本実: 真空浸炭におけるエッジ部過剰浸炭の疲労強度に対する影響, 鉄と鋼, Vol. 96 (2010) pp. 400-405.
- 4.10) 大友清光, 赤澤正久: ガス浸炭窒化における異常層について, 熱処理, Vol. 19 (1979) pp. 620-626.
- 4.11) 日本鉄鋼協会: 鋼の熱処理, 丸善, (1969) p. 27.
- 4.12) 和田昭三: 浸炭部品と残留オーステナイト, 熱処理, Vol. 17 (1977) pp. 247-251.
- 4.13) 中澤崇徳, 小野和正, 星野智史, 井上吉弘, 井上洋介: SCr420 鋼の真空浸炭およびガス浸炭挙動と機械的性質, 第 57 回日本熱処理技術協会講演大会講演概要集, (2003) pp. 47-48.
- 4.14) 井上吉弘: 真空浸炭による鉄鋼材料の表面改質に関する研究, 群馬大学博士学位論文, (2014) p. 35.
- 4.15) 菊池雅男: 浸炭焼入材の残留オーステナイトと耐疲労性, 熱処理, Vol. 32 (1992) pp. 211-215.

- 4.16) 家口浩, 稲田淳: ショットピーニングされた高強度浸炭鋼の疲労損傷過程, 熱処理, Vol. 37 (1997) pp. 254-258.
- 4.17) 三原健治, 木林靖忠, 内藤武志: 浸炭浸窒における残留オーステナイト量の調節方法について, 熱処理, Vol. 16 (1976) pp. 639-645.
- 4.18) 井上吉弘: 真空浸炭による鉄鋼材料の表面改質に関する研究, 群馬大学博士学位論文, (2014) pp. 54-55.
- 4.19) S. Wei, G. Wang, X. Zhao, X. Zhang, Y. Rong: Experimental study on vacuum carburizing process for low-carbon alloy steel, Journal of Materials Engineering and Performance, Vol. 23 (2014) pp. 545-550.
- 4.20) 黒木英憲, 徳永洋一: 焼結鉄の靱性に及ぼす Mo と Ni の影響, 粉体および粉末冶金, Vol. 20 (1973) pp. 43-48.
- 4.21) O. A. Bannykh, 江南和幸, 長崎誠三, 西脇醇: 鉄合金状態図集 –二元系から七元系まで–, アグネ技術センター, (2001) p. 43.
- 4.22) 日本金属学会: 金属便覧 改訂 6 版, 丸善, (2000) pp. 485-487.
- 4.23) 藤木榮: 金属材料の組織変化と疲労強度の見方, 日刊工業新聞社, (2004) p. 31.
- 4.24) 岩野利彦: 軟窒化および浸炭窒化硬化層の炭素および窒素濃度, 熱処理, Vol. 24 (1984) pp. 137-142.
- 4.25) 市原睦夫: 浸炭表面異常層について, 熱処理, Vol. 9 (1969) pp. 310-315.
- 4.26) 渡辺輝興: 浸炭と浸窒の新たな概念と実際 –浸炭焼入れの条件を計算で求める方法–, アグネ技術センター, (2013) pp. 136-138.

第5章 焼結冷間鍛造材の高密度化 FEM 解析モデルの確立

5.1 緒言

粉末の成形および焼結に関する解析には、粒子径とその分布、粒子の粘性、摩擦、粒子の再配列、粒子の弾塑性変形、固相および液相焼結とその熱拡散による粒子結合、気孔形状と気孔分布など、多数の因子が作用しており、各要因の影響評価に様々な数値解析手法が採用されている。焼結材料に関する解析技術として、第一原理計算 (First-principles calculation)、分子動力学 (Molecular Dynamics: MD) 法、フェーズフィールド法 (Phase Field Method: PFM)、モンテカルロ (Monte Carlo: MC) 法、離散要素法 (Discrete Element Method or Distinct Element Method: DEM)、有限要素法 (Finite Element Method: FEM) などが挙げられる^{5.1)}。特に粉体粒子の圧縮成形による高密度化に関する解析には PFM や DEM が、また全体密度分布の評価には MC 法および FEM がよく用いられており、近年はそれらの連成解析も提言されている^{5.1-5.4)}。しかしながら、現在の計算機の性能では限られた粒子数の計算にも長時間を要するため、計算機の大幅な性能向上が望まれている。

その中で、本研究で対象とする塑性変形と高密度化を伴う焼結鋼の冷間鍛造に関する数値解析事例は限られている。C. S. Kang らは、焼結鉄の冷間圧縮後の硬さ分布を密度分布に換算し、二次元 FEM 解析による密度分布との一致性について述べている^{5.5)}。竹増らおよび永田らは鉄系焼結歯車部品の冷間鍛造による表層の高密度化について、実部品の表層気孔分布を導入した局所二次元 FEM 解析を行い、その密度変化について述べている^{5.6-5.8)}。

焼結材の冷間鍛造に関する数値解析が困難とされる理由として、焼結体が塑性変形しながら高密度化が進むこと、気孔分布および気孔形状のランダム性を有すること、焼結の度合いすなわち Fe の自己拡散および添加元素の拡散による焼結ネック強度が異なること、それらに加え各物性値および摩擦特性値の定義の困難さなどが挙げられ、これらを加味した解析を行うには、未だ計算機の性能が不足していると考えられる。

そこで、本章では焼結冷鍛材の密度推定すなわち第3章で明らかとなった機械的特性を低下させる危険密度を予測する目的で、これまで困難と考えられていた焼結材の冷間鍛造の三次元 FEM 解析における、塑性変形および密度変化を適切に推定する手法の確立を試みた。従来のマイクロ解析から全体を表現する視点とは異なり、焼結材の多孔質体としての塑性変形特性を応力-ひずみ線図として数値化し、それを多孔質体も計算可能な汎用 FEM 解析ソフトウェアに導入して溶製材の場合の解析結果とのずれを補正することで、多孔質体全体の塑性変形量および密度の予測を行った。すなわち、第2章および第3章で検討した一次焼結体の冷間鍛造工程における塑性変形状態および密度変化を予測できる新しい FEM 解析モデルを提案し、その妥当性を示すため数値解析と実測値の比較を行った。

具体的には、実際の一次焼結体の応力-ひずみデータを導入した計算機上で、初期密度、焼結温度、焼結時間の3要素を固定した角棒試験片形状の一次焼結体に対し、後方押し出し式冷間鍛造による塑性変形をさせた。そして、解析から得られる形状、寸法、密度について、第2章および第3章で行った冷間鍛造による実測値と比較し、本研究で提案するモデルおよび解析方法の妥当性を調査することで、複雑な三次元形状を有する焼結部品への応用可能性、すなわち塑性変形および高密度化挙動の予測可能性を示した。

5.2 供試材および実験方法

5.2.1 一次焼結体の圧縮試験

焼結体の冷間鍛造を表現する FEM 解析には、各要素に割り当てる基礎物性データとして、素材の応力-ひずみ(Stress-Strain: S-S)線図が必要である。そのため、S-S 線図取得用の素材として、第 2 章および第 3 章と同様に Mo 系部分拡散合金鋼粉を成形圧 980 MPa、密閉式で圧縮成形し、圧粉体密度(ρ_C)を 7.4 Mg/m^3 としたものを用意した。

圧粉体成形は、第 2 章の Fig. 2.2-3 に示したフローティングダイ法で行った。続いて圧粉体を真空度 30 Pa 以下の真空炉にて、一次焼結条件を第 2 章で用いた焼結不十分な 975°C , 20 min (No. 1)と、必要十分な焼結およびニアネットシェイプに適した 1050°C , 20 min (No. 2)として焼結を行い、ノッチなしシャルピー衝撃試験片(寸法: $10 \times 10 \times 55 \text{ mm}$)を作製した。一次焼結体密度(ρ_{PS})は ρ_C と変わらないことを確認した。

Fig. 5.2-1 に圧縮試験用円柱試験片の概要図を示す。図のとおり、角形一次焼結試験片内部から、直径 5 mm、高さ 5 mm の円柱試験片をワイヤカットで作製した。一次焼結体の圧縮荷重-ストローク(Load-Stroke: L-S)線図を取得するため、圧縮試験には一軸材料試験機(TENSILON 製 RTF-2430)を用いた。圧子および圧盤と試験片の上下接触面の摩擦低減のため圧盤表面に黒鉛潤滑剤を塗布し、テフロンシートを試験片と圧子の間に挿入して、油圧プレス標準的な速度に近い 1000 mm/min 、圧縮比約 70% で圧縮した。得られた L-S 線図を FEM 解析の基礎データとした。圧縮後の円柱試験片外観を走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM)で、断面の金属組織を光学顕微鏡 (Optical Microscope: OM)で観察することで、き裂の有無および金属組織の塑性流動状態を確認した。密度の測定にはアルキメデス法(水浸法)を用いた。

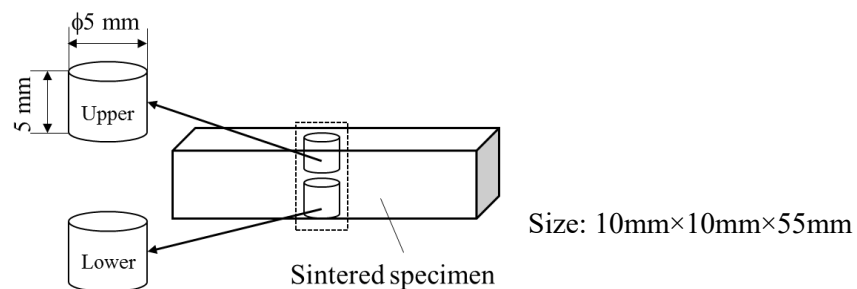


Fig. 5.2-1 Specimens for compression test.

5.2.2 FEM 解析モデルおよび設定条件

FEM 解析により，一次焼結体の冷間鍛造による塑性流動および密度変化を計算機上で再現することを試みた．計算解析ソフトウェアには，ヤマナカコーキン製 DEFORM (ver.11.0) を使用し，FEM 解析から L-S 線図の計算値を得た．

Fig. 5.2-2 に一次焼結体円柱試験片の圧縮試験についての二次元解析モデルを示す．モデルは 1/2 軸対称として，上パンチおよび金型を剛塑性体と定義した．

Table 5.2-1 に FEM の解析条件を示す．条件(1)に二次元 FEM 解析条件を，条件(2)～(5)に三次元 FEM 解析条件をそれぞれ示した．解析では，試験片の定義を弾塑性体，剛塑性体および多孔質体から選択し，ヤング率を 210 GPa とした．多孔質体モードの場合，真密度 1.00 (密度 7.874 Mg/m³)に対して，多孔質体の密度比を 0.94 (密度 7.4 Mg/m³)とした．また，大変形する試験片の上部の要素サイズを細かくするためにメッシュウィンドウを定義した．要素の切り直し，すなわちリメッシュは，ソフトウェアのローカルリメッシュ機能を用い，メッシュウィンドウの定義範囲と同じ上部の大変

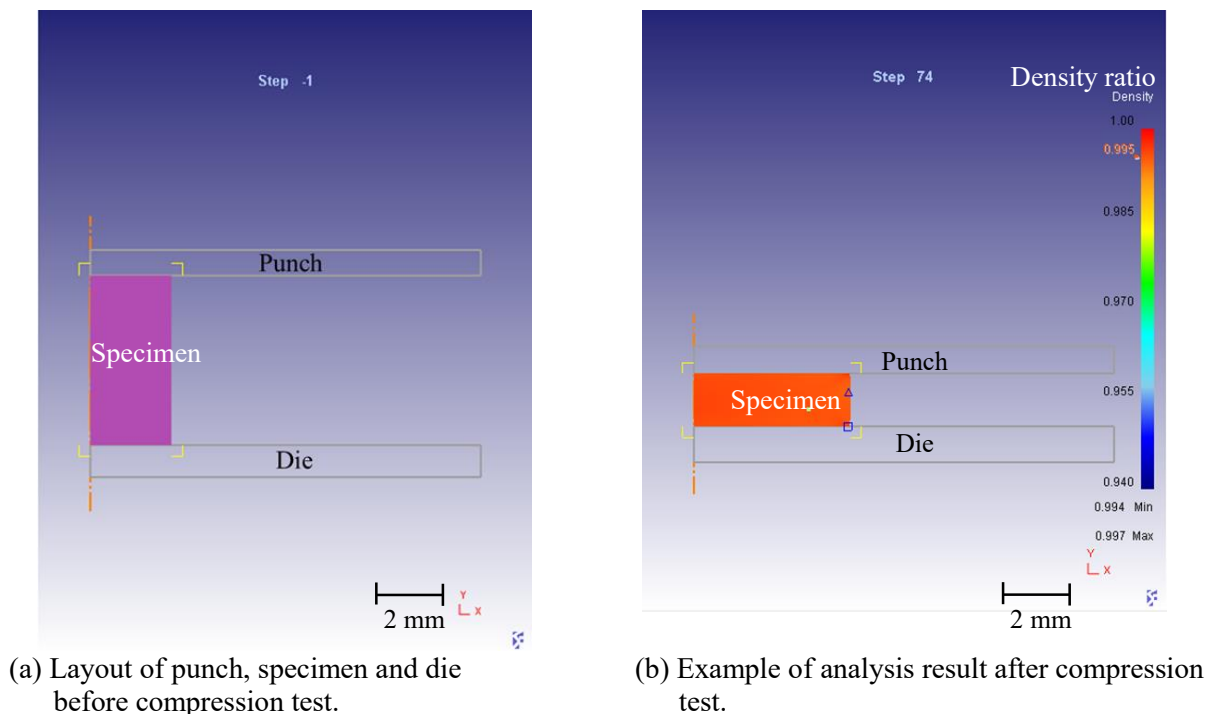


Fig. 5.2-2 2D analysis model for compression test.

Table 5.2-1 2D/3D FEM analysis conditions for cold-forging of sintered material.

Object Type/ Model/ Method	(1) Elasto -plastic material/ Axisymmetric 2D model	(2) Porous material/ 3D model	(3) Rigid -plastic material/ 3D model	(4) Porous material/ 3D model/ remeshing	(5) Porous material/ 3D model/ remeshing and element elimination method
Density (relative density)	–	0.94	–	0.94	0.94
Element count [count]	2,103	148,148	158,389	148,148	148,148
Calculation step [step]	90	2000	500	2000	2000
Punch speed [mm/sec]	16.667	1	1	1	1
Step increment [mm/step] (die displacement)	0.05	0.001	0.01	0.001	0.001
Shear friction coefficient between a specimen and a punch	0.01	0.4	0.4	0.4	0.4
Shear friction coefficient between a specimen and a die	0.01	0.08	0.08	0.08	0.08
Remeshing [mm] (Maximum stroke increment)	–	–	–	0.01	0.01
Target volume (for meshing)	–	–	–	Valid	Valid
Cockroft & Latham marginal damage value	–	–	–	–	100
Fracture element	–	–	–	–	1

形部分に行うようにした。ダメージ値(D_f)の定義には、一般化された Cockroft & Latham 式^{5.9)}を用いた。 D_f は次式のとおりである。

$$D_f = \int \left(\frac{\sigma_{\max}}{\bar{\sigma}} \right) d\varepsilon \quad (5.2.1)$$

σ_{\max} : 最大主応力 [MPa]

$\bar{\sigma}$: 相当応力 [MPa]

$d\varepsilon$: 相当ひずみ増分

その際、ソフトウェアの設定項目として、ダメージ値(Cockroft & Latham marginal damage value)を 100 に、破断要素(Fracture element)単位を 1 要素とした。このように解析条件を段階的に定義した上で、圧縮試験および後述する補正計算から得た二次元の L-S 線図を基礎データとし、三次元 FEM 解析に用いた。

5.3 試験片の圧縮試験結果

Table 5.3-1 に圧縮試験による円柱試験片 No. 1～4 の密度測定結果を示す。表から、No. 1 で密度比 0.985, No. 2 で 0.991 までの高密度化がなされており、共に高い圧縮特性を有していることがわかる。圧縮試験後の密度を比較した場合、片押し法のため、初めにパンチ荷重が伝達される上側(Upper)の方が荷重伝達の最も遅い下側(Lower)より密度が高くなる傾向は、実際の冷間鍛造試験片でも確認できている。

Table 5.3-2 に圧縮試験後の円柱試験片の寸法変化を示す。圧縮比すなわち据込み比 (Upset ratio)は、(素材初期高さ－加工後高さ)／素材初期高さ、とした。表より据込み比は、上側円柱試験片で 0.7 以上となり、片押しの場合、成形での試験片の上側すなわち上パンチ接触面を更に冷間鍛造することで、下側より高い据込み比が得られることがわかる。

Table 5.3-1 Result of density measurement after compression test.

Specimen No.	Sintering condition	Cut position	Density before compression test	Density after compression test	Density ratio*
			[Mg/m ³]	[Mg/m ³]	
1	975°C, 20 min	Upper	7.40	7.76	0.985
2	1050°C, 20 min			7.80	0.991
3	975°C, 20 min	Lower	7.40	7.70	0.978
4	1050°C, 20 min			7.72	0.980

* Density of wrought material is defined as 7.874 Mg/m³.

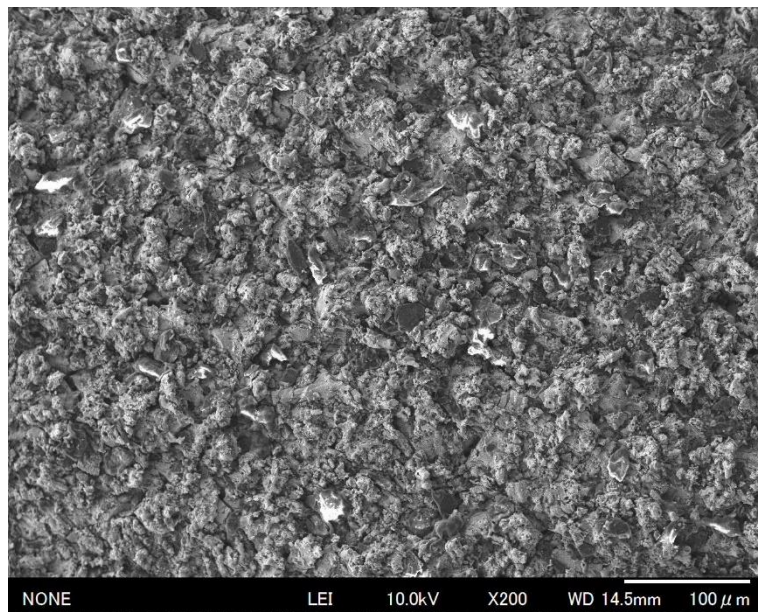
Table 5.3-2 Comparison in size of specimens before and after compression test.

Specimen No.	Cut position	Diameter	Diameter	Height	Height	Upset ratio
		[mm] (before)	[mm] (after)	[mm] (before)	[mm] (after)	
1	Upper	5.0	9.6	4.90	1.27	0.741
2		5.0	9.0	5.22	1.54	0.706
3	Lower	5.0	8.3	5.22	1.83	0.650
4		5.0	8.8	5.49	1.72	0.687

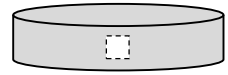
以降、高密度化特性および塑性変形能に優れる円柱試験片 No. 1 および No. 2 の調査解析を行った。

Fig. 5.3-1 および Fig. 5.3.2 に、冷間鍛造後の円柱試験片 No. 1 および No. 2 について、側面の表面 SEM 像および断面の金属組織を示す。金属組織は、気孔(黒色)および残留グラファイト(灰色)、フェライト(白色)およびパーライト(茶色)の集合体である。これらから、圧縮後の円柱試験片の表面および内部にき裂がないこと、および試験片内部で塑性流動が生起していることが確認された。一般的に溶製材の冷間鍛造は、据込み比又は断面積の変化率が 80%以内で行われている^{5,10)}ことから、本研究に用いられる一次焼結体は、溶製材に近い圧縮性および塑性変形能を有しているといえる。

Specimen
No. 1

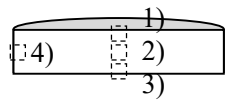


Position
of SEM image

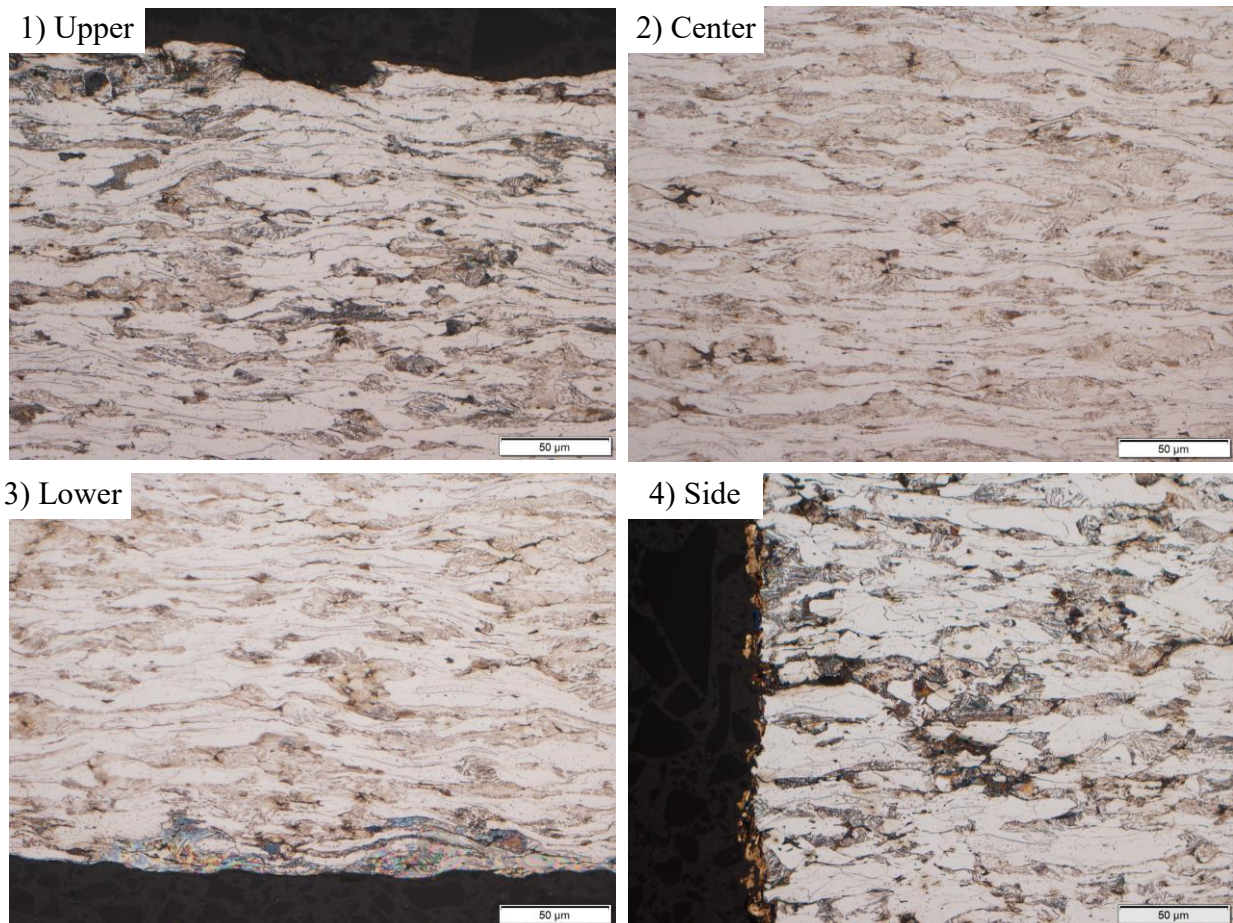


Cut

Positions
of OM image



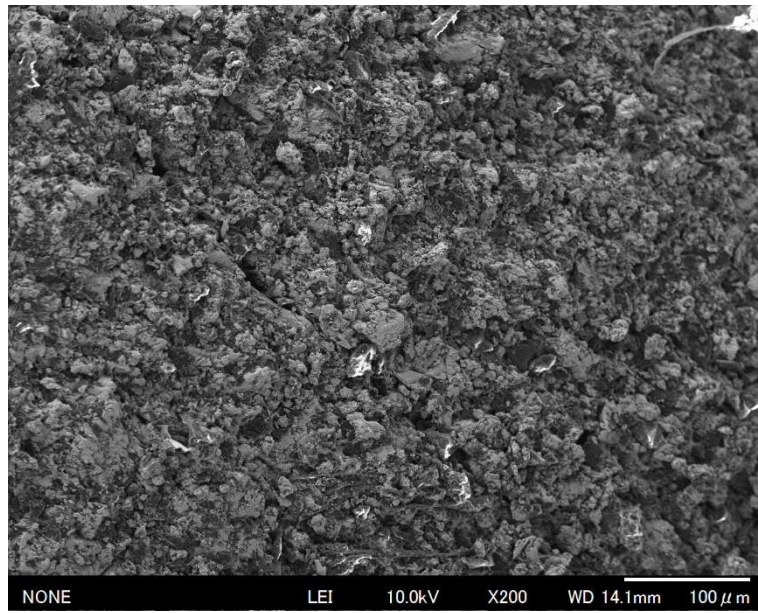
(a) SEM image of surface of side area.



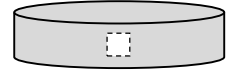
(b) OM images of cross section.

Fig. 5.3-1 Surface of side area and cross section after compression test (specimen No. 1).

Specimen
No. 2

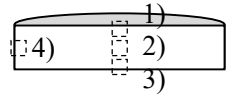


Position
of SEM image

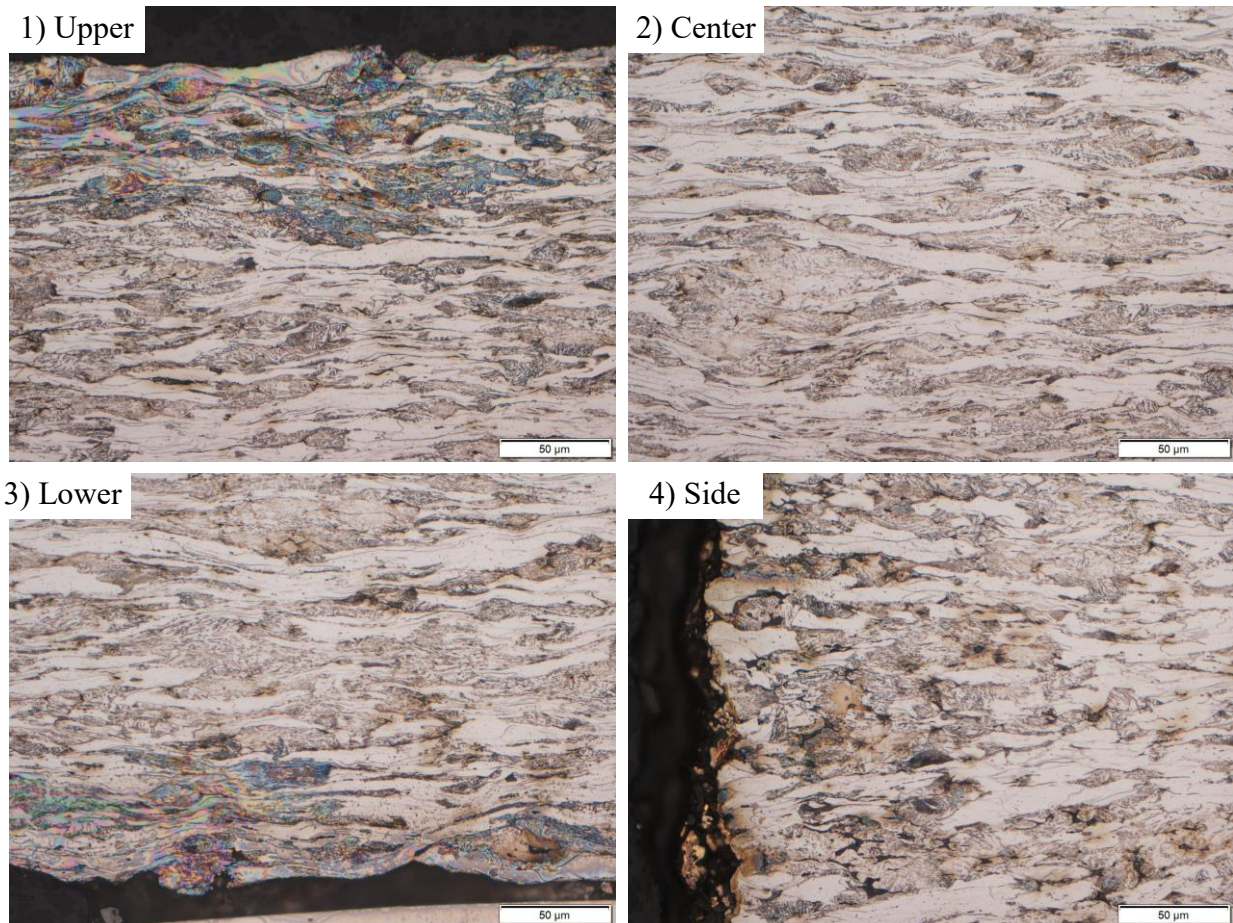


Cut

Positions
of OM image



(a) SEM image of surface of side area.



(b) OM images of cross section.

Fig. 5.3-2 Surface of side area and cross section after compression test (specimen No. 2).

5.4 FEM 解析結果

5.4.1 多孔質体の二次元塑性変形解析

適正な計算 L-S 線図を導出し、後述の三次元塑性変形解析の基礎データとして用いるために、一次焼結体の円柱試験片から得た L-S 線図を用いて、初めに二次元塑性変形解析を行い、その妥当性を検証した。

Fig. 5.4-1 に L-S 線図導出手順を示し、Fig. 5.4-2 に一次焼結条件：1050°C，20 min の試験片 No. 2 の解析結果を示す。以降、同試験片を用い導出手順の詳細を述べる。

Fig. 5.4-1 に示した解析手順①～⑦および多項式近似を用いた L-S 線図補正方法は以下のとおりである。

- ① 切出した φ5mm 円柱試験片の L-S 線図(1A)を圧縮試験から得る。
- ② L-S 線図(1A)のゼロ点補正を行い、公称応力-公称ひずみ線図とした上で、真応力-真ひずみ線図(1B)に変換する。
- ③ 真応力-真ひずみ線図(1B)を用い、弾塑性体モードで二次元圧縮試験を計算機上で行う。
- ④ L-S 線図(2A)および真応力-真ひずみ線図(2B)を得る。

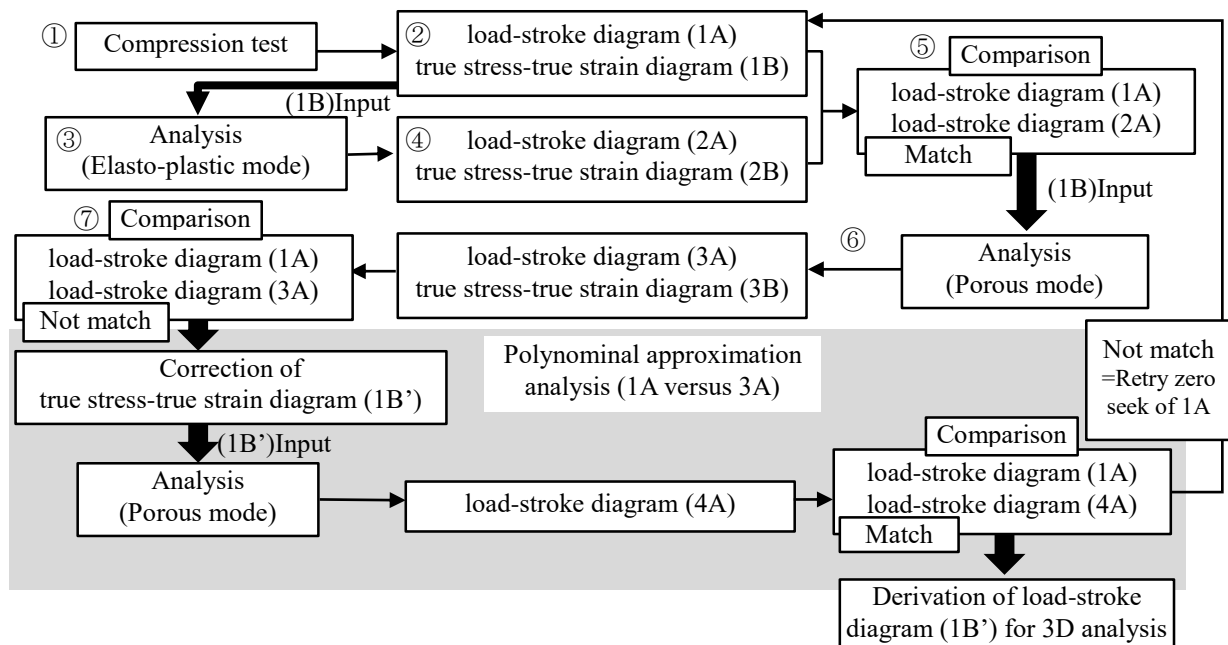
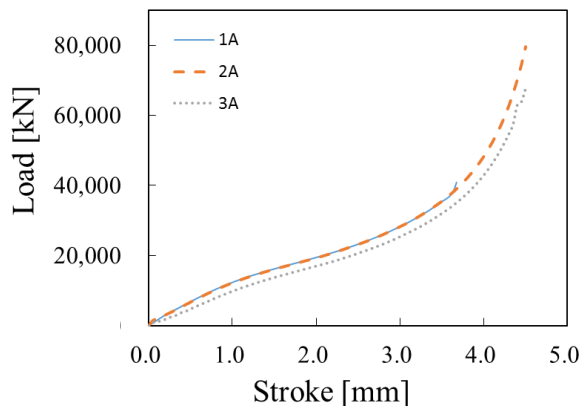
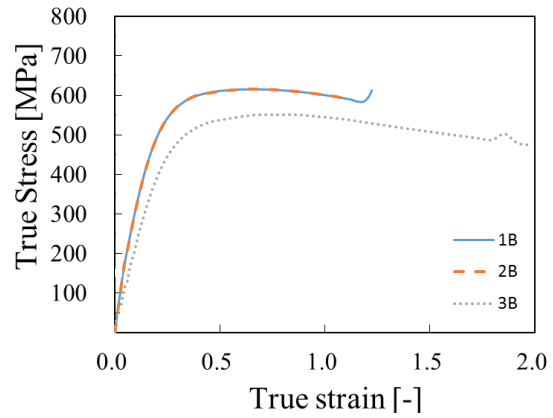


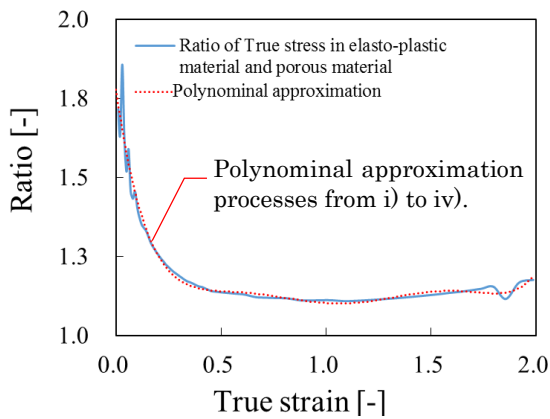
Fig. 5.4-1 2D deformation analysis procedure for sintered material.



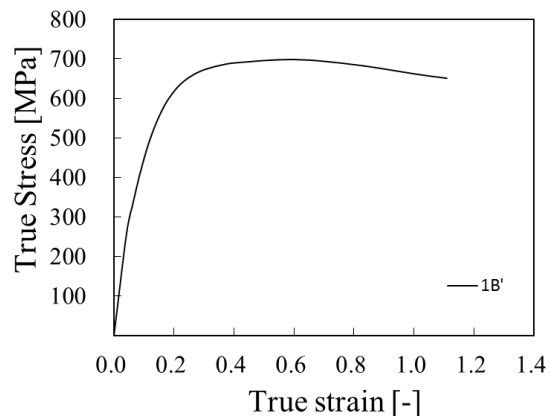
(a) Load-stroke diagrams (1A, 2A, 3A).



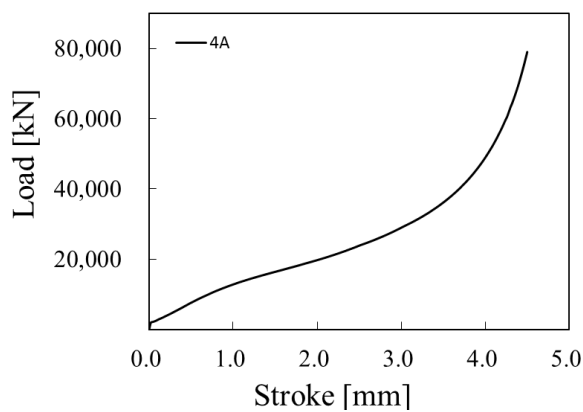
(b) True stress-true strain diagrams (1B, 2B, 3B).



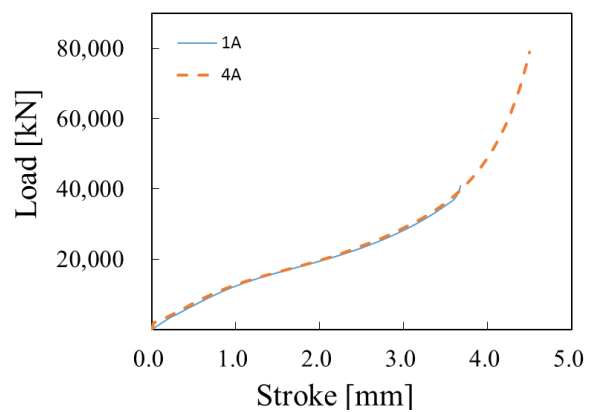
(c) Ratio of true stress in elasto-plastic material and porous material.



(d) Corrected true stress-true strain diagram (1B').
($1B' = 1B \times \text{ratio of true stress}$).



(e) Load-stroke diagram (4A).



(f) Comparison of load-stroke diagrams (1A, 4A)

Fig. 5.4-2 Results of compression test and 2D deformation analysis for specimen No. 2.

- ⑤ L-S 線図(1A)と L-S 線図(2A)を比較し，両線図が一致することを確認する．
- ⑥ 真応力－真ひずみ線図(1B)を用いて，多孔質体モードで二次元塑性変形解析を行い，L-S 線図(3A)を得る．
- ⑦ L-S 線図(1A)と L-S 線図(3A)を比較する．

本研究では，手順⑦で L-S 線図(1A)と L-S 線図(3A)の両線図は一致しなかった．その理由として，最初に用いた基礎データである(1A)が実際の一次焼結体すなわち多孔質体の圧縮試験により得られたものであるためと考える．すなわち，L-S 線図(1A)は既に多孔質体の特性を内包していたものであるにもかかわらず，それを基礎データとし，ソフトウェアの多孔質体モードを用い計算しているためである．よって，その L-S 線図(1A)と L-S 線図(3A)の差を補正するため，以下に示す多項式近似 i)～iv)を行った．

- i) Fig. 5.4-2 (a)の各ストローク値で L-S 線図(1A)の荷重が L-S 線図(3A) の荷重の何倍か，又は Fig. 5.4-2 (b)の真応力－真ひずみ線図(1B)の応力が真応力－真ひずみ線図(3B) の応力の何倍かを計算する．比率はどちらも同じである．
- ii) Fig. 5.4-2 (c)のとおり，応力比(荷重比)－真ひずみ線図を作成し，その近似曲線を六次の多項式で得る．
- iii) 多項式から得た近似値を増加係数として，もとデータである真応力－真ひずみ線図(1B)に掛けて，補正真応力－真ひずみ線図(1B')を得る．
- iv) 補正真応力－真ひずみ線図(1B')を用いた多孔質体モードで再度圧縮試験の計算を行い，L-S 線図(4A)を得る．

手順 i)～iv)を実施した結果，Fig. 5.4-2 (f)に示すとおり，L-S 線図(1A)と L-S 線図(4A)は一致した．よって，三次元塑性変形解析には，この多項式近似から得られた補正真応力－真ひずみ線図(1B')を用いることが妥当であることが示された．

Fig. 5.4-3 に最終的に求められた試験片の基礎データすなわち補正真応力-真ひずみ線図を示す。図から、ほぼ同じひずみ量(0.61)で最大応力を示し、No. 2の方が若干高いことがわかる。これらのデータを後述する三次元 FEM 解析に用いた。

Table 5.4-1 に、円柱試験片の圧縮試験と二次元 FEM 解析による圧縮量と密度比の比較結果を示す。表から、圧縮量と密度比は共に実験値が解析値に非常に近いことが示された。この結果は、本研究で提案する多項式近似および二次元塑性変形解析の実施手順が妥当であることを示唆している。

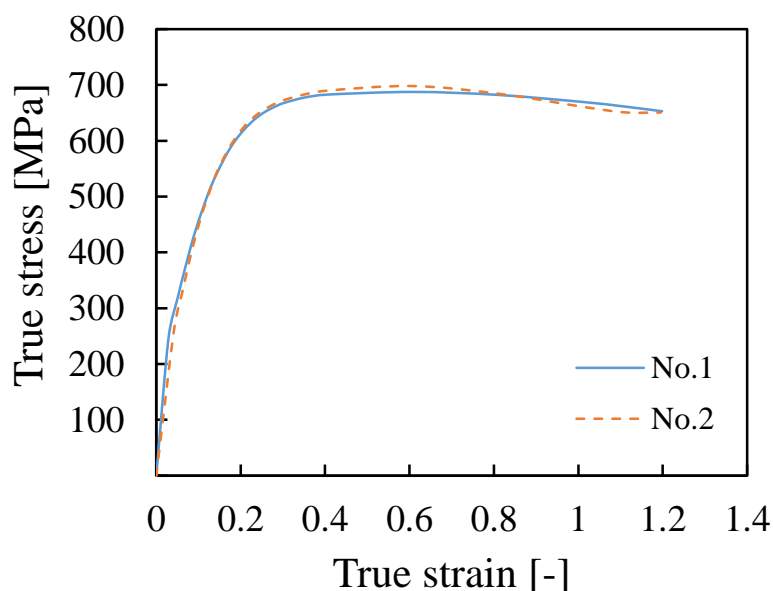


Fig. 5.4-3 Corrected true stress – true strain data for 3D-FEM analysis.

Table 5.4-1 Comparison in compression amount and density ratio for experiment value of specimen and 2D analysis value.

Specimen No.	Sintering condition	Type	Compression amount [mm]	Density ratio
1	975°C, 20 min	Experiment	3.63	0.985
		Analysis	3.57	0.995
2	1050°C, 20 min	Experiment	3.68	0.991
		Analysis	3.70	0.995

5.4.2 多孔質体の三次元塑性変形解析

5.4.2.1 解析モデル

Fig. 5.4-4 に一次焼結体（ノッチなしシャルピー衝撃試験片形状）の冷間鍛造を表現する三次元 FEM 塑性変形解析モデルを示す。これは、試験片(Specimen)を金型(Die)に挿入し、試験片より断面積が小さい上パンチ(Punch)で後方押し鍛造する形式である。解析に要する計算時間と対称性を考慮し、1/4 モデルとした。

Fig. 5.4-5 から Fig. 5.4-7 に冷間鍛造に用いるパンチ、試験片およびダイの形状をそれぞれ示す。なお、Fig. 5.4-7 のダイ形状は解析用であり、実際の金型形状と異なる下パンチを省略したものとしている。

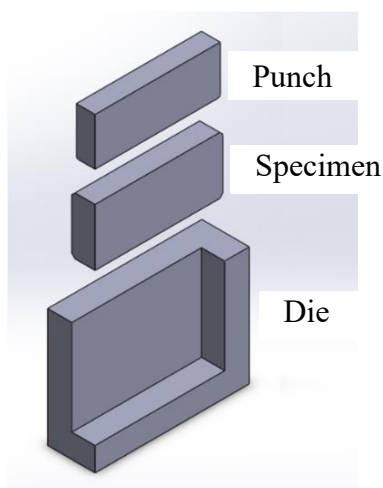


Fig. 5.4-4 1/4 model of 3D FEM analysis for cold-forging.

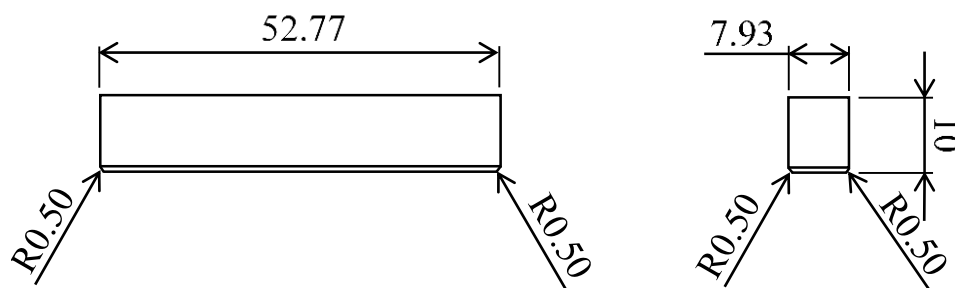


Fig. 5.4-5 Shape and dimensions of punch.

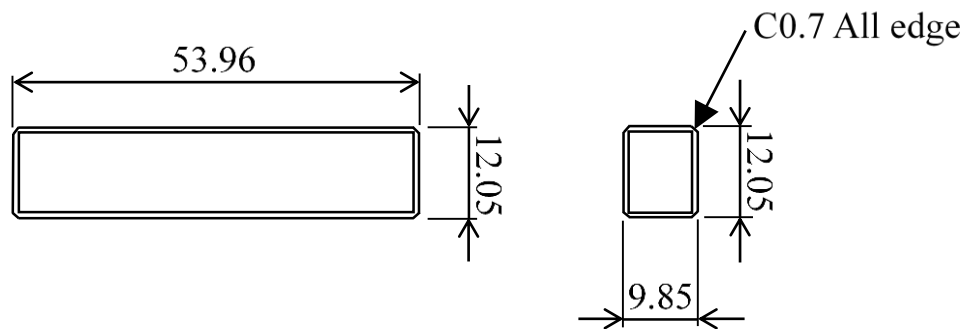


Fig. 5.4-6 Shape and dimensions of specimen.

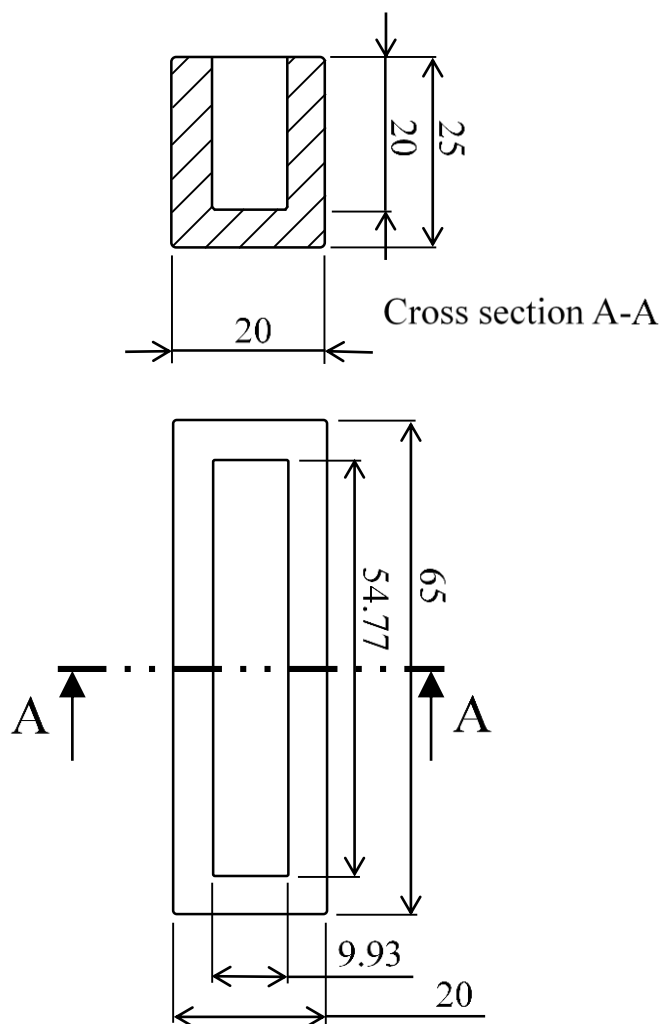


Fig. 5.4-7 Shape and dimensions of die.

上から見て金型に試験片が接触している状態の表面積が 10 mm×55 mm で、試験片に上パンチが接触する際の接触面積が 8 mm×53 mm となるよう寸法を決定した。よって、第 2 章および第 3 章で述べた後方押し出し式冷間鍛造と同様に、リム幅 1 mm の余肉が塑性流動により上方に成長していくこととなる。

最初の解析条件を Table 5.4-2 に示す。三次元の 1/4 モデルとしたため、試験片に対称面(1, 0, 0)面と(0, -1, 0)面を設定した。

更に試験片上部は塑性流動が大きいことから、Fig. 5.4-8 のように「ウィンドウ外のサイズ比」を 0.1 と入力し、メッシュウィンドウを設定した。このようにすることで、フレームが橙色線の直方体内部の要素は外部に比べ、メッシュサイズが 1/10 となる。また、要素の体積を計算する際に使用するヤコビアン(体積変化率を表すスカラー値)の計算値が正值でない場合に計算エラーになるため、メッシュを再生成して計算を継続させる機能“リメッシュ”をローカルリメッシュとした。これは、要素サイズと要素の質によりヤコビアンの計算値が正值でない場合に、該当する要素のみを再生成するリメッシュ法である。

Table 5.4-2 Analysis conditions of porous material for cold forging.

Object Type	Porous material
Density (relative density)	0.94
Element count [count]	148,148
Calculation step [step]	500
Punch speed [mm/sec] (Compression speed)	1
Step increment [mm/step] (die displacement)	0.01
Shear friction coefficient between a specimen and a punch	0.4
Shear friction coefficient between a specimen and a die	0.08

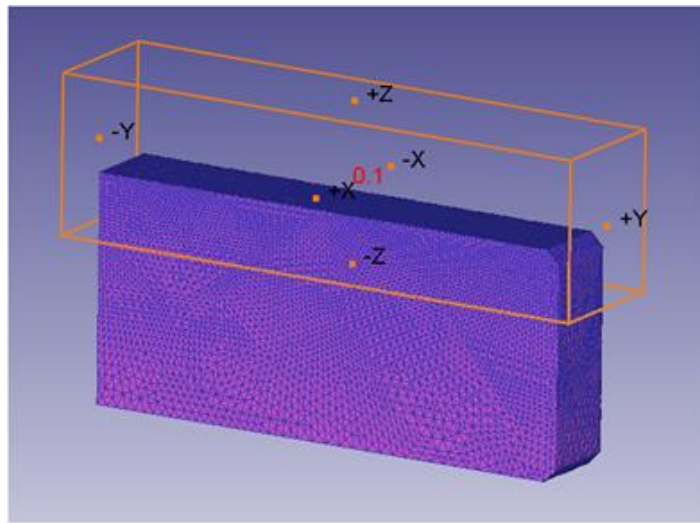


Fig. 5.4-8 Definition image of re-mesh window.

Fig. 5.4-9 に全設定完了後、試験片上側のメッシュが細かく設定されている解析モデルを示す。実際に鍛造した試験片と FEM 解析したものと比較するために、冷間鍛造荷重を 1200 kN と設定した。実際に上パンチにかかる鍛造荷重については後述するが、パンチと試験片接触面の正確な鍛造荷重は不明のため、まず形状を比較した。

Fig. 5.4-10 に、鍛造後の角形試験片(No. 2 系)の中央断面形状および必要部の寸法実測値(平均値)を入れた断面模式図を示す。寸法はダイヤルゲージにより測定した。試験片の鍛造解析では圧縮量(ストローク)の設定が必要であるが、試験片上面の最終高さ 10.50 mm および鍛造前の試験片高さ 12.05 mm を用いると、圧縮量は $12.05 - 10.50 = 1.55$ mm となる。よって、解析では Y 方向にストローク量で 1.55 mm 押し下げたときの断面形状を確認することとした。

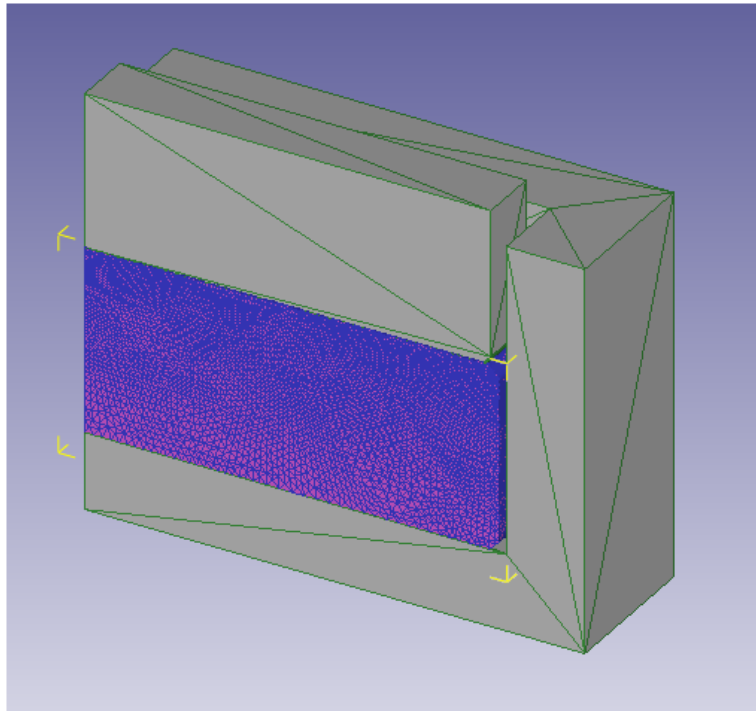


Fig. 5.4-9 FEM analysis model for cold forging.

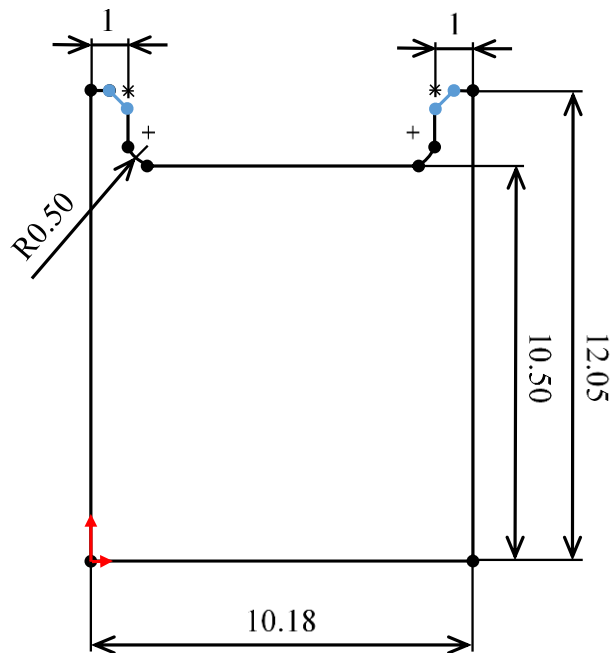


Fig. 5.4-10 Schematic of cross section of cold-forged specimen.

5.4.2.2 溶製材の三次元解析結果および考察

標準的な変形挙動の確認のため溶製材について解析した。解析条件は変更せず Table 5.4-2 の条件をそのまま用い、オブジェクトタイプを剛塑性体に変更した。

Fig. 5.4-11 にパンチストロークが 1.55 mm の時の 1/4 モデルの解析結果を, Fig. 5.4-12 に 1/4 モデルをミラーコピーした 1/1 全体図を示す。また, Fig. 5.4-13 に解析結果より得た 1/1 パンチの L-S 線図を示す。

Fig. 5.4-11 より, 余肉中央の数値をみると明らかに実際の鍛造 (Fig. 2.3-5 参照) よりも高いが, Fig. 5.4-12 における余肉形状は実物に極めて類似していることがわかった。Fig. 5.4-13 に示す荷重変化についても, ストロークがおよそ 1 mm 以上で 1000 kN 前後に安定する傾向を示しており, このとき塑性流動が生起していると考えられる。

以上から, 溶製材の標準的な変形および荷重変化を把握した。

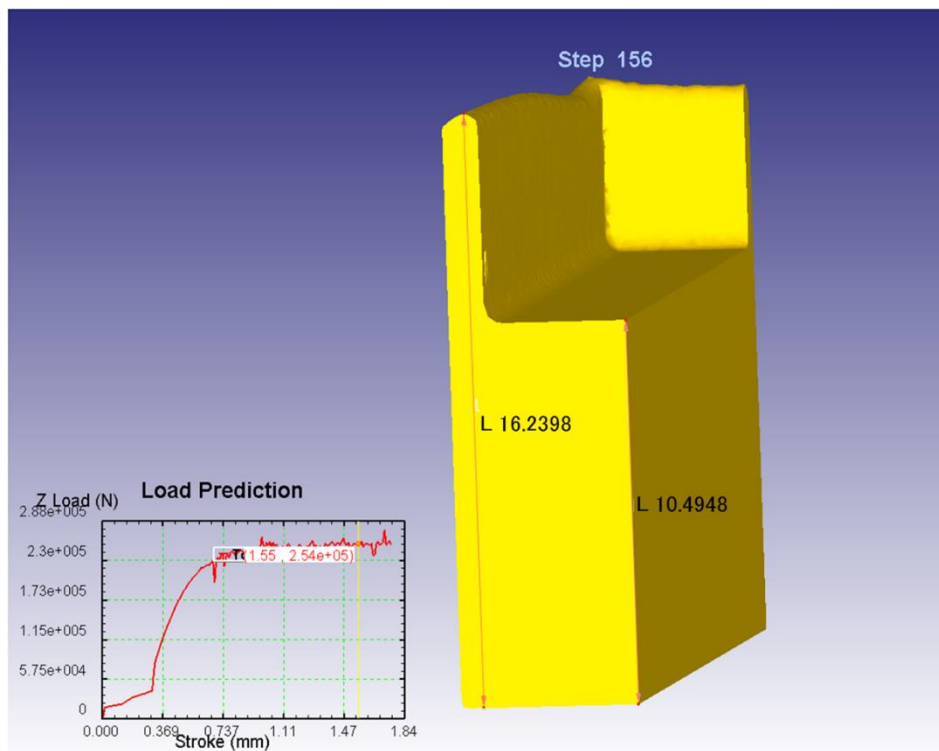


Fig. 5.4-11 Analysis result of 1/4 rigid-plastic solid model for cold forging.

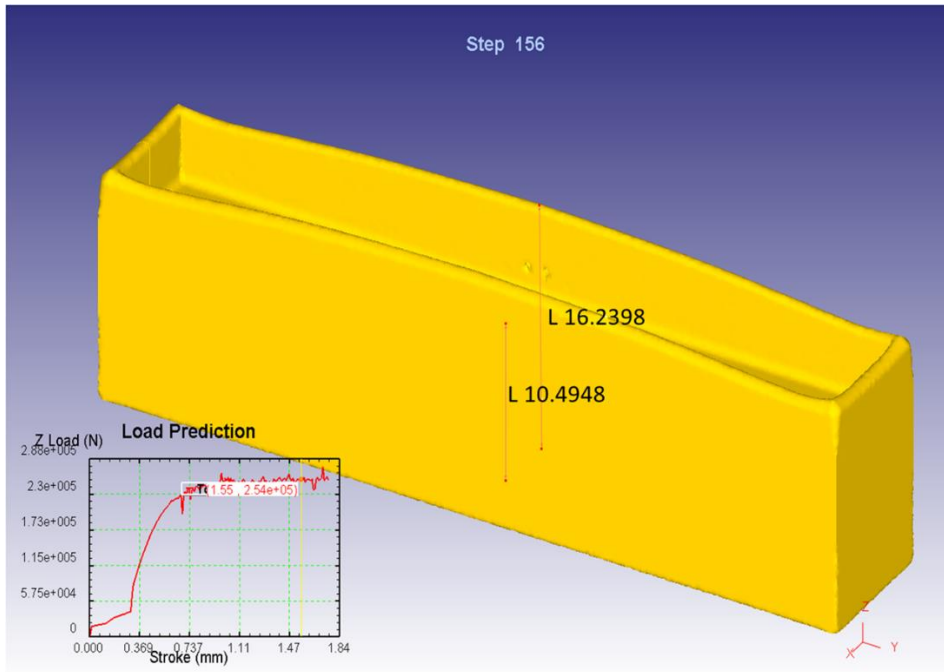


Fig. 5.4-12 Analysis result of 1/1 rigid-plastic solid model for cold forging.

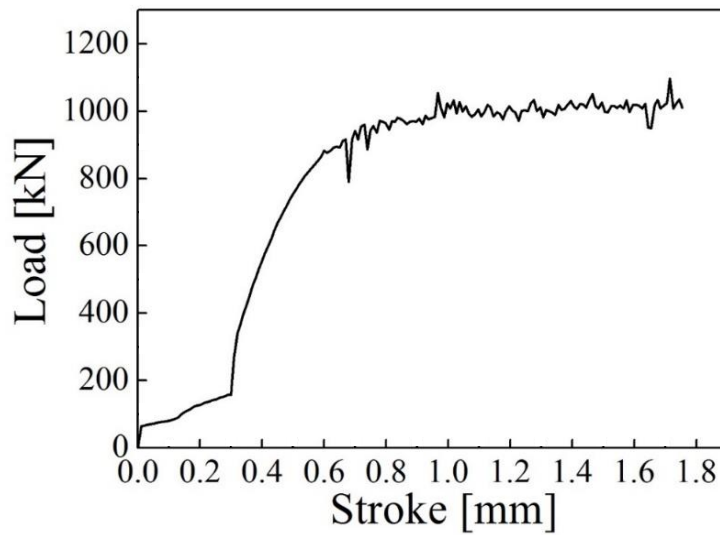


Fig. 5.4-13 Load - stroke diagram obtained by FEM analysis in cold forging (Rigid-plastic solid model).

5.4.2.3 解析方法の検討

Table 5.4-3 に解析条件を示す。多孔質体は塑性変形が進むにつれ気孔がつぶれ、全体の体積は減少するため余肉高さが剛塑性体より低くなる。パンチストロークが 1 mm 以降の急激な体積変化を伴う変形すなわち塑性流動による余肉の伸張時に、リメッシュが適切に行われるよう解析条件を検討した。

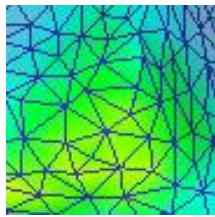
まず、設定項目“Remeshing”を有効化し、ストロークが 0.01 mm 移動するごとにリメッシュを強制的に行わせた。また、設定項目“Target volume”により、数値計算およびリメッシュ時に生じる計算誤差による体積減少を回避できる体積補間機能を有効化した。リメッシュ時のみこの機能は反映され、計算中の体積を一定に保つことができる。さらに、局所的な相当ひずみの増加を避けるため、DEFORM の機能である要素消去法を用いた。多孔質体の解析は要素が体積一定条件を満たさないため、ひずみが集中しやすく、ひずみを用いたパラメータであるダメージ値も大きくなる。焼結材は圧縮で密度が上がるにつれ剛塑性体に近づいていくため、局所的にひずみが増加することは不自然である。そこで、要素消去法の設定項目として、破断要素(Fracture element)を有効化した。

Table 5.4-3 Analysis conditions of porous material using element elimination method for cold forging.

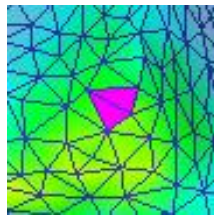
Object Type	Porous material
Density (relative density)	0.94
Element count [count]	158,389
Calculation step [step]	2,000
Punch speed [mm/sec] (Compression speed)	1
Step increment [mm/step] (die displacement)	0.001
Shear friction coefficient between a specimen and a punch	0.4
Shear friction coefficient between a specimen and a die	0.08
Remeshing [mm] (Maximum stroke increment)	0.01
Target volume (for meshing)	Valid
Cockroft & Latham marginal damage value	100
Fracture element	1

Fig. 5.4-14 に破断要素を設定した要素消去法の概念図を示す。図より、特定の要素および周囲の要素が限界ダメージ値以上になったときに当該要素を消去し、補完およびリメッシュする機能であることがわかる。これにより、ひずみの集中を防ぐ有効な解析ができると考えた。

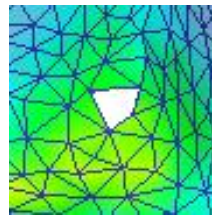
以上のとおり、各解析手法の組み合わせにより三次元 FEM 解析を試みた。



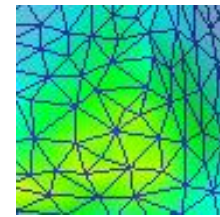
1. Standard Statement.



2. Excessive local strain of elements appears.



3. Eliminates the elements to avoid strain concentration.



4. Software interpolates the volume by remeshing and element elimination.

Fig. 5.4-14 Schematic of remeshing and element elimination method.

5.4.2.4 要素消去法による解析結果

Table 5.4-3 の解析条件および円柱試験片 No. 2 の補正真応力-真ひずみデータを用いて、パンチストローク 2 mm まで圧縮した場合の 1/4 モデルの FEM 解析結果を Fig. 5.4-15 に、試験片の 1/1 全体図を Fig. 5.4-16 に示す。解析した試験片の中央部高さは 10.50 mm、外周部高さは 12.44 mm すなわち余肉高さ 1.94 mm であった。Fig. 5.4-10 に鍛造試験片の寸法および形状の平均値を示したが、20 点測定した際の中央部高さ範囲：10.47~10.51 mm、余肉高さ範囲：1.90~2.11 mm と比較しても、優れた解析結果であることがわかった。また、余肉の形状についても、長手方向の余肉は端から中央に向けて緩やかに盛り上がっていること、幅方向は若干中央が沈んでいること、および四隅が尖っていることなど、傾向が一致していることが確認された。Fig. 5.4-17 に、要素消去法を用いた解析条件より得られた 1/1 モデルの L-S 線図を示す。これも Fig. 5.4-15 の 1/4 モデル解析荷重を 4 倍したものである。図で、ストロークが 1.0 mm 以

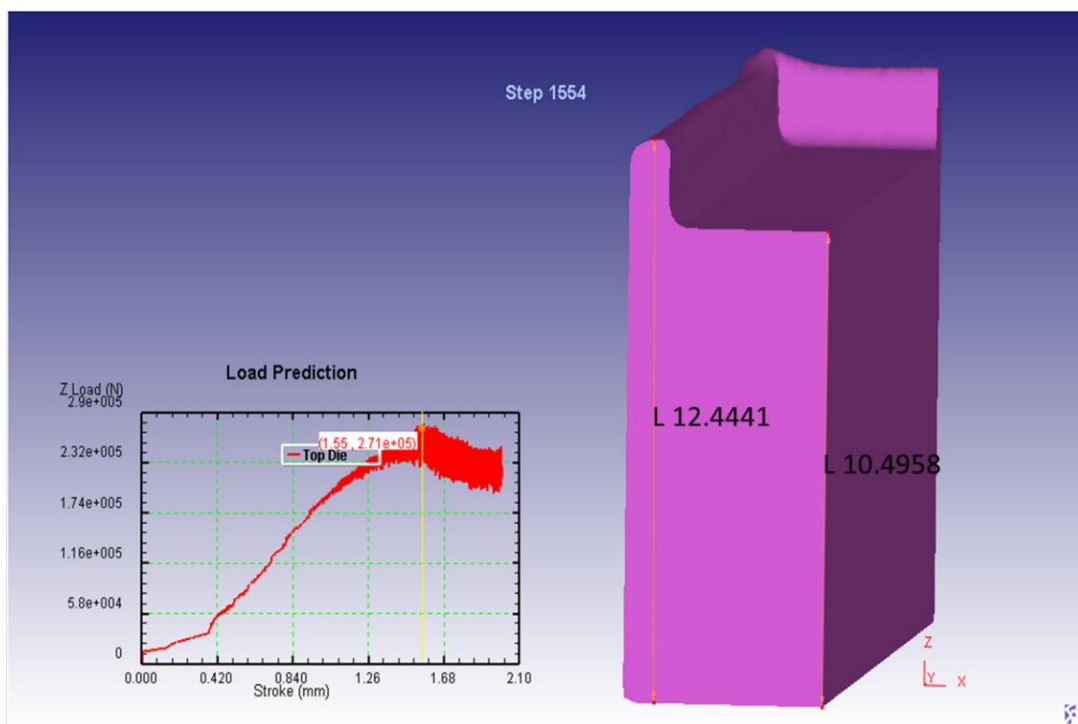


Fig. 5.4-15 Analysis result by use of element elimination method (1/4 model).

降でリメッシュ等の実行が増え、荷重が変動しているが、剛塑性体で解析したときのように荷重が飽和する傾向を示しており、信頼できる解析結果が得られたといえる。

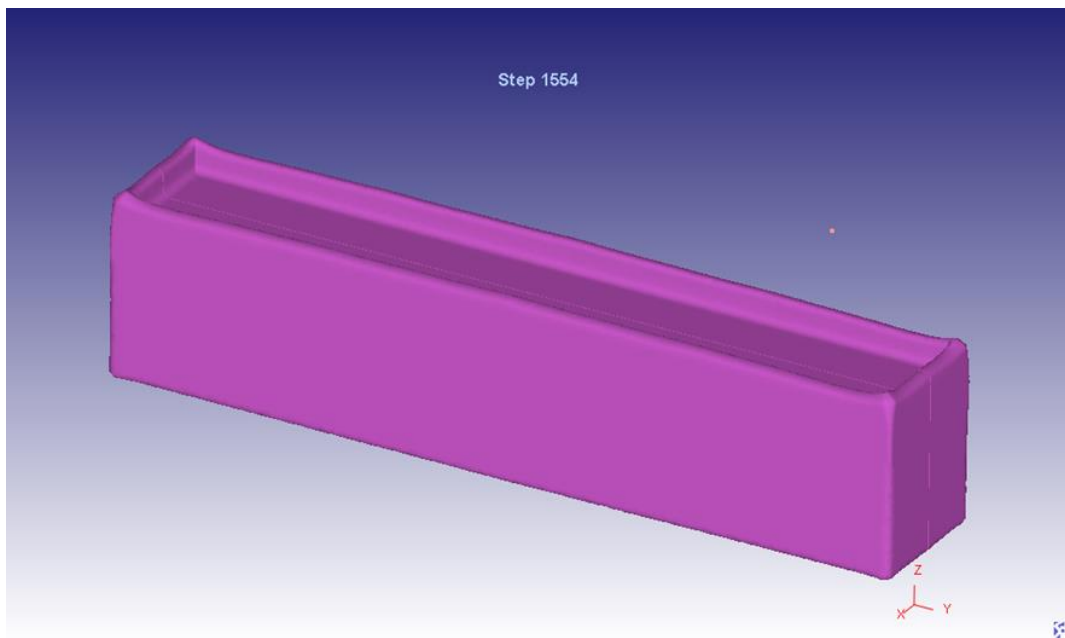


Fig. 5.4-16 Analysis result by use of element elimination method (1/1 model).

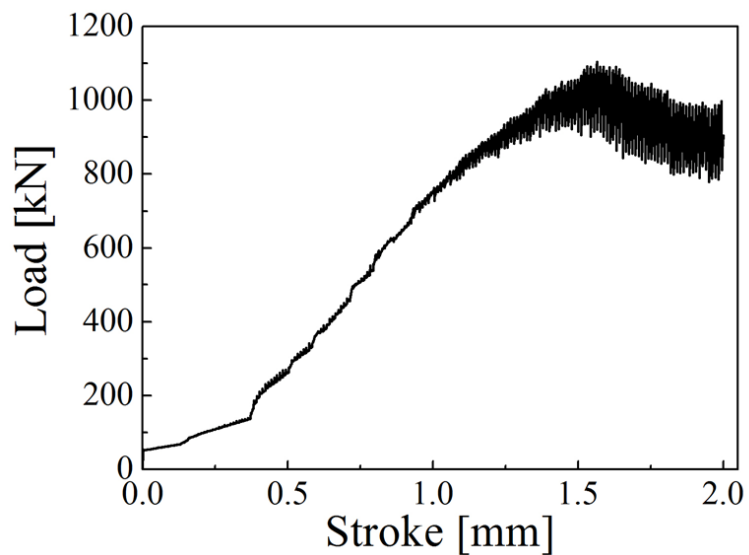


Fig. 5.4-17 Load - stroke diagram obtained by 3D FEM analysis using remeshing and element elimination method.

Fig. 5.4-18 に、円柱試験片 No. 2 の補正真応力-真ひずみデータを用いて計算した密度分布を示す。図の全体的に確認される斑模様の密度分布から、パンチおよびダイに接触する試験片表面の摩擦の影響や、計算時間短縮のため調整した要素数の不足により、密度の不均一化が起きていると考えられる。しかし、荷重を 1200 kN と設定して、実際に冷間鍛造を行った試験片の平均密度は約 7.8 Mg/m^3 であったため、計算値は密度比で $0.98 (= 7.8 / 7.874)$ 付近であれば良好といえる。各要素の相対密度比の平均値は 0.978 であったことから、焼結材の鍛造後の密度を FEM 解析で予測できる可能性が示唆される。

Fig. 5.4-19 に実際の一次焼結試験片の密度分布測定結果を示す。図より、一次焼結体の密度分布は、試験片上部および下部に比べ中央の密度が若干低くなっていることがわかる。また、計算した密度は試験片下部が高くなっているが、実際に冷間鍛造した試験片は試験片上部から下部に向かって密度は低下していることがわかる。今回の解析では試験片の密度分布を一様とみなして解析しているため、解析結果と母材の上面から下面に向かって密度が低下していく実際の密度分布とは異なっている。

よって、高性能な計算機を用いて要素数を増やし、密度傾斜モデルで解析を行うことができれば、より高精度な結果が得られると推測される。

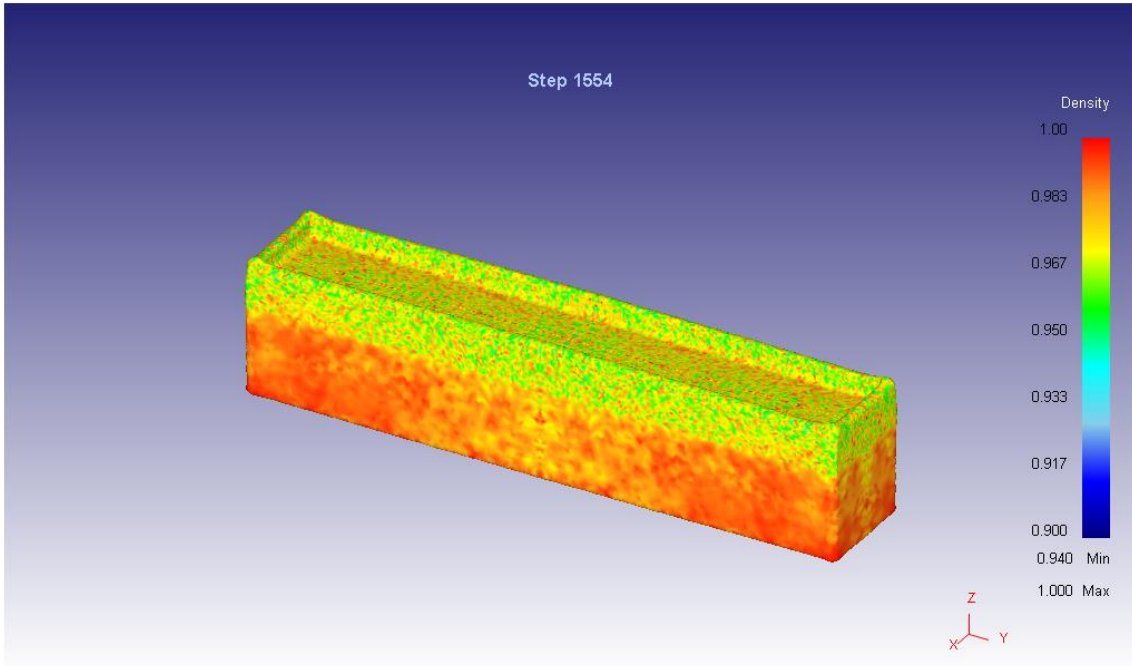


Fig. 5.4-18 Density distribution by cold forging analysis using element elimination method (specimen No. 2 : 1050°C, 20 min).

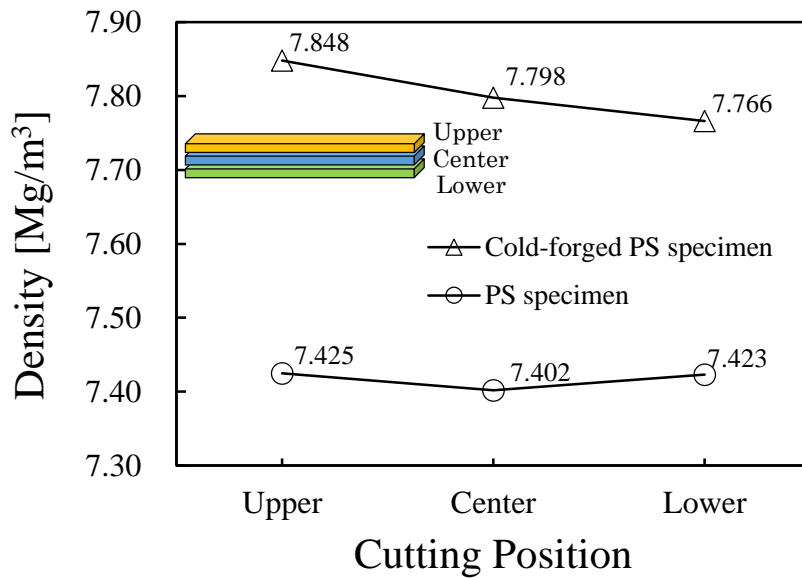


Fig. 5.4-19 Density in three-divisions of specimens (PS conditions: 975°C, 20 min).

5.4.2.5 冷間鍛造における設定荷重，実測荷重および FEM 解析荷重の比較

冷間鍛造における設定荷重，実測荷重および FEM 解析荷重の違いについて検討した。Fig. 5.4-20 に，角形試験片の冷間鍛造時，上パンチ側面にひずみゲージを貼付け測定した設定荷重－パンチピーク荷重線図を示す。荷重負荷時間の設定値は 1 s とした。また，図中に後述する鍛造荷重の保持時間 (Load holding time) の定義を示した衝撃波形を例示する。図から，装置の設定値として荷重 1200 kN とした場合，上パンチには最大約 780 kN の荷重がかかっていることがわかる。これは，鍛造が後方押し出しすなわち開放系の鍛造であるため妥当な結果と考える。鍛造では初め多孔質体の気孔が潰されていくため，余肉が発生しない高密度化が起きるが，表層から心部にかけて緻密化が進むと溶製材のように塑性流動を起こす。そのため，鍛造負荷による変形エネルギーが塑性変形に消費され，荷重が上がらなくなると考えられる。Table 5.4-4 に，設定鍛造荷重に対する実測荷重の保持時間を示す。表から設定荷重 1200 kN での荷重作用時間を確認すると 1390 ms であることがわかる。よって，本研究で用いた

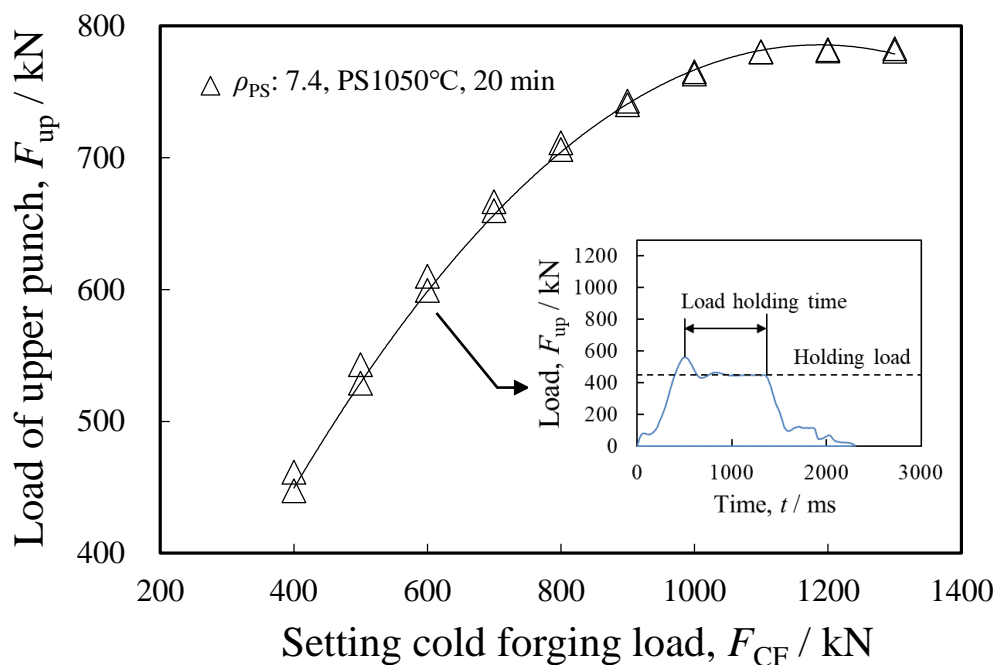


Fig. 5.4-20 Relationship of setting load and peak load of upper punch at cold forging in ρ_{PS} 7.4 Mg/m³ specimens.

装置 (タナカカメ製 TMS-200X100) の場合, 設定値が 1200 kN, 1 s であっても, 上パンチにかかっていた負荷は 780 kN, 1.4 s であり, 多孔質体の塑性変形時の荷重制御が困難であったことがうかがえる. Fig. 5.4-17 の FEM 解析結果では, ストローク 1 mm 以上でリメッシュおよび要素消去法による体積補完機能が働き荷重が変動しているが, 余肉が伸張する塑性変形時の荷重は 800 kN 程度で安定化していることから, 本研究による多孔質体の三次元 FEM 解析は荷重値においても実際の状況を精度良く計算できていると考えられる.

Table 5.4-4 Setting cold-forging load and load holding time by measurement using strain gage set on upper punch.

Setting CF load [kN]	Holing load by strain gage [kN]	Load holding time [ms]
400	430	1250
500	520	1250
600	590	1250
700	650	1250
800	700	1150
900	740	1280
1000	760	1250
1100	780	1370
1200	780	1390
1300	790	1310

5.4.2.6 解析結果のまとめ

Fig. 5.4-3 に示した焼結条件の異なる円柱試験片 No. 1 の補正真応力-真ひずみデータを用いて同様の解析を行った。得られた密度分布を Fig. 5.4-21 に、解析から得られた寸法、形状および密度分布を No. 2 の結果と共に Table 5.4-5 に示す。これらから、精度良く解析できていることがわかり、焼結材の冷間鍛造について本解析手法の妥当性が確認された。ただし、確認できたのは2条件なので、今後は他条件でも成立するか検証していく必要がある。

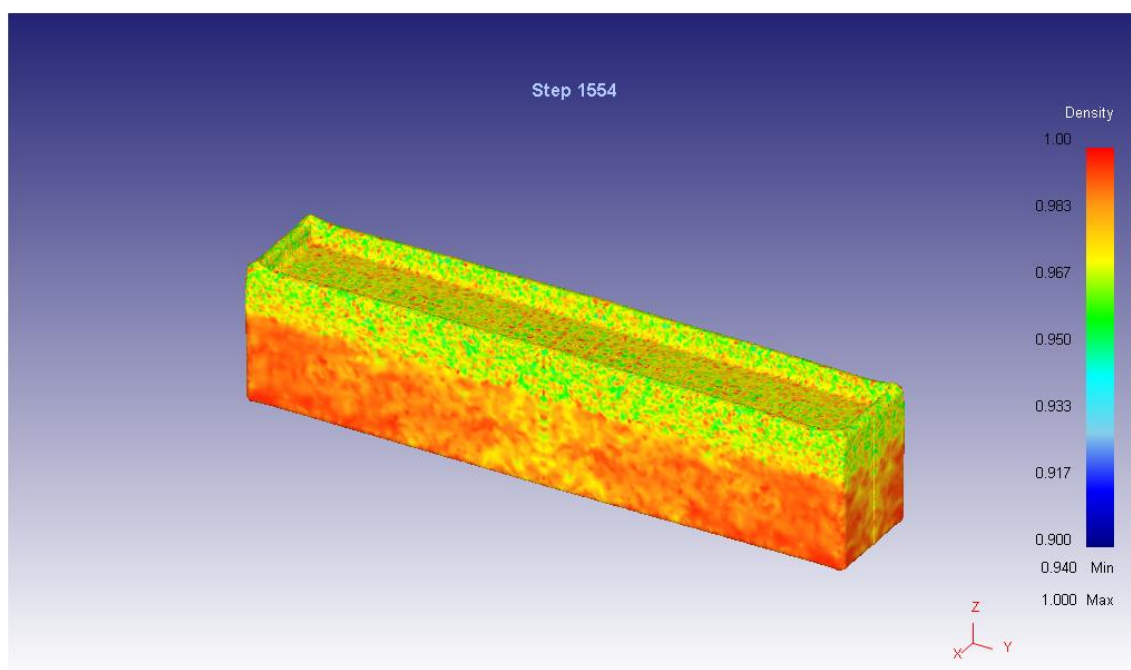


Fig. 5.4-21 Density distribution by cold forging analysis using element elimination method (specimen No. 1 : 975°C, 20 min).

Table 5.4-5 Comparison of size and average density.

Specimen No.	Sintering condition	3D FEM analysis / Specimens after cold forging		
		Height to upper surface [mm]	Height of flash [mm]	Average density ratio
1	975°C, 20min	10.496 / 10.47-10.53	1.972 / 1.90-2.21	0.979 / 0.990
2	1050°C, 20min	10.496 / 10.47-10.51	1.948 / 1.90-2.11	0.978 / 0.991

5.5 結言

冷間鍛造による焼結体の塑性変形および高密度化挙動の予測可能性を示すため、実際の焼結体の応力-ひずみ線図を用いて補正線図を導出し、角形焼結試験片を後方押し式で冷間鍛造する三次元 FEM 解析を行った。得られた成果を以下に示す。

- 1) 円柱試験片の圧縮試験により、焼結体の真応力-真ひずみ線図を得て、多孔質体の FEM 解析に有効な多項式近似による補正真応力-真ひずみ線図を得る手法を確立した。
- 2) 三次元 FEM 解析に、補正真応力-真ひずみ線図、要素の切り直し(リメッシュ)、要素消去法を用いることで、全体形状および密度を解析と実験でほぼ一致させることに成功した。
- 3) 三次元 FEM 解析における余肉が成長する塑性変形時の荷重(800 kN)と、実際に上パンチに作用している最大荷重(780 kN)をほぼ一致させることができた。
- 4) 本研究で提案した FEM 解析法は、角形焼結材の冷間鍛造による高密度化および塑性変形を表現可能とした。よって、本手法は焼結鍛造部品の塑性変形量、形状、全体密度および局所密度の予測に活用できる可能性を有すると考える。

参考文献

- 5.1) 松原秀彰, 品川一成: 粉末冶金のためのシミュレーション研究・技術の課題, 粉体粉末冶金協会 平成 30 年度秋季大会(第 122 回講演大会)概要集, (2018) No. 1-34.
- 5.2) C. C. Huang, J. H. Cheng: An investigation into the forming limits of sintered porous materials under different operational conditions, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 148 (2004) pp. 382-393.
- 5.3) S. Yi, L. Yuan-yuan, Z. Zhao-yao, Z. Zhen-xing, C. Pu-qing: Improved model and 3D simulation of densification process for iron powder, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, Vol. 20 (2010) pp. 1470-1475.
- 5.4) 品川一成: 焼結体の形状寸法・微細構造制御のための数値解析法, 粉体および粉末冶金, Vol. 63 (2016) pp. 3-9.
- 5.5) C. S. Kang, S. C. Lee, K. T. Kim, O. Rozenberg: Densification behavior of iron powder during cold stepped compaction, *Materials Science and Engineering A* 452-453 (2007) pp. 359-366.
- 5.6) 竹増光家, 三浦秀士, 河本浩介: 鉄系焼結合金歯車の転造による高精度化・高強度化 -第 1 報- ねじ状工具による P/M 歯車仕上げ転造プロセスの数値歯形解析, 粉体および粉末冶金, Vol. 56 (2009) pp. 330-335.
- 5.7) 永田尊礼, 竹増光家, 小出隆夫, 西田智: 密度の異なる Ni-Mo プレアロイ合金焼結浸炭焼入れ歯車の曲げ疲労強度と空孔を考慮した FEM による歯元曲げ応力解析, 粉体および粉末冶金, Vol. 63 (2016) pp. 17-22.
- 5.8) 永田尊礼, 竹増光家, 小出隆夫, 西田智: 密度の異なる Ni-Mo プレアロイ合金焼結浸炭焼入れ歯車の面圧疲労強度と空孔を考慮した FEM による接触応力解析, 粉体および粉末冶金, Vol. 63 (2016) pp. 995-1001.
- 5.9) M. G. Cockcroft, D. J. Latham: Ductility and the workability of metals, *Journal of the Institute of Metals*, Vol. 96 (1968) pp. 33-39.

5.10) 日本塑性加工学会 鍛造分科会 : わかりやすい鍛造加工, 日刊工業新聞社, (2005)
p. 77.

第6章 結言

本研究では、水アトマイズ純鉄粉をベースとした Mo 系部分拡散合金鋼粉を用い、その焼結冷間鍛造材の機械的特性、特に疲労強度を向上させるための有効条件を得ることを目的とした。圧粉体成形、一次焼結、冷間鍛造、最終熱処理の各工程の組合せにより、最終的に機械的特性に優れた焼結冷間鍛造熱処理材を得た。また、製品設計で重要となる鍛造による形状変化及び密度の推定が可能な、新しい三次元 FEM 解析手法を提案した。各章ごとのまとめおよび得られた知見を以下に述べる。

第1章では、粉末冶金の歴史から、一般機械部品や自動車部品に関連する焼結材の位置付けと生産動向、鉄基焼結材およびその高強度化手法、高強度焼結部品の開発に向けた研究課題、本研究の目的および論文の構成について述べた。

第2章では、圧粉体成形から冷間鍛造までの工程が、金属組織、密度および塑性変形能に及ぼす影響に着目し、鍛造による高密度化特性および塑性変形能に優れた焼結冷間鍛造材を得るのに有効な工程条件を検討し、以下の結果を得た。

- 1) 一次焼結温度を上げるとフェライト系組織が減少し、パーライト系組織が増加した。これは、高密度化前の Fe 粒子間接触面積が少ない状態の場合には、Mo により γ -Fe が α -Fe に変化し高速拡散が起きる焼結促進効果は限定的であるため、一次焼結温度の上昇に伴い、表面に付着していたグラファイトがより Fe 粒内に拡散したためと考えられる。
- 2) 一次焼結体密度と一次焼結時間が一定の場合、鍛造後の予肉の高さは、鍛造荷重を増加させた際の密度の上昇に伴い、指数関数的に上昇する。この傾向は一次焼結温度に依存しない。
- 3) 一次焼結体密度が高いほど、冷間鍛造による限界密度も高くなる。限界密度に達するのに必要十分な設定鍛造荷重は、本研究で用いた角形焼結試験片では 1200 kN であり、その際の限界密度は 7.8 Mg/m^3 以上となる。

4) 一次焼結温度および冷間鍛造後の密度が同じであっても、焼結時間 60 min 材では気孔の球状化が促進されているため、焼結時間 20 min 材より塑性変形能に優れる。一次焼結条件 1075°C, 60 min で密度 7.4 Mg/m³ の焼結体は、一次焼結温度 1000°C の場合と比べパーライト系組織が増加するにもかかわらず、高密度化特性と塑性変形能に優れる。

第 3 章では、機械的特性(強度, 靱性)に及ぼす焼結, 冷間鍛造および浸炭熱処理の各工程条件の影響を明らかにし, 第 2 章の調査結果と併せて検討し, 以下の結果を得た。

- 1) 一次焼結条件や一次焼結体密度にかかわらず, 冷間鍛造により平均密度を約 7.7 Mg/m³ まで上げると, 表層域に極微細な粒界き裂が発生し, その影響で鍛造材の衝撃値の低下が起き, 更に浸炭熱処理後の曲げ強度を低下させる。
- 2) 冷間鍛造で 7.8 Mg/m³ 以上に高密度化することにより, 微細き裂が圧接された状態となり, ガス浸炭熱処理で素材全体における体拡散と拡散接合によるき裂消失を促進し, 約 7.7 Mg/m³ の最低曲げ強度から強度回復傾向を示す。
- 3) 熱処理材の強度回復効果が高い有効条件として, 一次焼結体密度が 7.4 Mg/m³ で, 一次焼結条件は, ニアネットシェイプに適した 1050°C, 20 min, および塑性変形能に優れる 1075°C, 60 min が望ましい。その上で, 設定冷間鍛造荷重 1200 kN で密度 7.8 Mg/m³ 以上とすることが望ましい。

第 4 章では, 第 3 章で得た有効な一次焼結条件, 冷間鍛造条件を用い, これに新たな浸炭熱処理法を適用した素材の高疲労強度化を目的とし, 各種熱処理条件が金属組織および疲労強度に及ぼす影響を調査した。第 3 章で評価したガス浸炭熱処理の温度は, 浸炭炉の実用限界温度であったため, 高温処理によるさらなる拡散促進が可能な真空浸炭熱処理で金属組織の改質を図った。鍛造による高密度化で Fe 粒子間接触面積を増加させた後の熱処理では, 極低炭素の Mo リッチ部で γ -Fe が α -Fe に変化するため, α -Fe 特有の高速な体拡散が主となり, Fe の自己拡散が著しく促進されること

から，以下の結果を得た．

- 1) ガス浸炭および真空浸炭熱処理において，高密度焼結冷間鍛造材は，溶製材 SCr420H と同等の浸炭焼入れ性を有することがわかった．
- 2) 高密度焼結冷間鍛造材に対し 1000°C，60 min の二次焼結を施すことにより，素材心部でも C，Mo および Fe の拡散が進み，また鍛造で表層に生成された極微細な粒界き裂が拡散接合により消失し残留気孔が球状化したことで，極めて高い衝撃値(437 J/cm²)が得られた．
- 3) 高密度焼結冷間鍛造材に対し，鍛造での微細き裂を拡散接合で消失させた後，高濃度炭素での真空浸炭浸窒熱処理を施した．これにより，耐摩耗性に有利な窒素マルテンサイトと球状セメンタイトを含む硬い表面および深い硬化層としながらも，表層に残留オーステナイト組織を有するためにき裂進展を抑制可能な高疲労強度の焼結材を実現した．

第 5 章では，焼結冷鍛材の密度推定すなわち第 3 章で明らかとなった機械的特性を低下させる危険密度の予測可能性を示すため，角形焼結試験片を後方押し式で冷間鍛造する三次元 FEM 解析を行うことで，以下の結果を得た．

- 1) 円柱試験片の圧縮試験で焼結体の真応力-真ひずみ線図を得て，多孔質体の FEM 解析に有効な，実験値と計算値の応力比の多項式近似による補正真応力-真ひずみ線図を求める手法を確立した．
- 2) 三次元 FEM 解析に，補正真応力-真ひずみ線図，要素の切り直し(リメッシュ)，要素消去法を用いることで，全体形状および密度について解析と実験でほぼ一致させることに成功した．
- 3) 三次元 FEM 解析における余肉が伸長する塑性変形時の荷重(800 kN)と，実際に上パンチに作用している最大荷重(780 kN) をほぼ一致させることができた．

今後の展望

本研究で提案した FEM 解析法は、角形焼結材の冷間鍛造による高密度化および塑性変形を表現可能とした。よって、実際の焼結鍛造部品の塑性変形量、形状、全体密度および金属組織が損傷状態にある危険密度となる位置の予測に活用できる可能性を有すると考えられる。今後、計算機の性能向上に伴い、複雑形状部品に対し細かいメッシュや密度傾斜モデルを用いて、より精度良く解析できるようになることが期待される。また、粉末の圧縮成形や焼結など粉末冶金に関するシミュレーションは、計算機の性能向上と共に今後もめざましく発展していくと予想される。更に、近年は複数過程のシミュレーションの連成解析も試みられており、最終目標として成形から最終熱処理までの総合的な連成解析が望まれている。それら進展も注視し、今後も原料粉設計、粒子の再配列および塑性変形による緻密化、焼結現象、多孔質体全体の塑性変形、最終熱処理など総合的に素材開発を進めていくことになると推測する。

本研究は、高密度化および高密度化後の熱処理に有効な Mo 系部分拡散合金粉を用いて、産業界で応用可能な現実的な工程条件の範囲で検討した。鍛造方式が後方押し出し式でなく密閉鍛造の場合や、油圧プレスとナックルプレスによる荷重曲線の違いなどで、危険密度(7.7 Mg/m^3)が変わったり、消失する可能性も考えられる。その場合でも、本研究の調査方法や一連の工程における密度、形状および機械的特性変化のデータが役立つことを期待する。

一次焼結材および熱処理材の計装化シャルピー衝撃試験における波形形状に関する解釈は、今後の検討課題である。一次焼結材の衝撃波形は溶製材のそれとは明らかに異なるもので、本研究では傾向を確認した上で推定による現象解釈はしたが、メカニズムは明らかにできていない。例えば、衝撃試験装置と試験片をモデル化した三次元解析、装置の要所にひずみゲージを貼付け、ひずみ、衝撃波形および高速度カメラ像との同期結果と併せて波形の変曲点に対応するマイクロ破面の解

析をすることができれば、現象の解明につながる可能性があると考える。

焼結冷間鍛造熱処理材については、さらなる機械的特性向上の余地があると考えられる。高濃度炭素で真空浸炭浸窒熱処理した溶製材は、表面への圧縮荷重が更に表面特性を向上させ、耐摩耗性に優れることも報告されている。これは、高密度焼結冷間鍛造材にも当てはまると考えられる。例えば、真空浸炭浸窒熱処理した表面に対してショットピーニングまたはショットブラストを施し、表層の結晶粒を塑性変形させ圧縮残留応力を付与すると共に、表面の残留気孔および二次焼結でも消失しきれなかった開口型き裂が潰れ、き裂進展の抑制効果が更に増すと推測する。これに加え、表面の残留オーステナイトがマルテンサイトに変態する、すなわち加工誘起マルテンサイト化することで、表面硬化および圧縮残留応力が上乘せされ、更にき裂発生寿命を延ばし、真空浸炭浸窒材以上の疲労強度および耐摩耗性の向上が期待できる。よって、今後はショット条件の最適化も含め、ショット材の疲労強度および耐摩耗性についても調査を継続していくべきと考えられる。

本研究の関連論文

- 1) Y. Kamakoshi, I. Shohji, Y. Inoue, S. Fukuda: Improvement of mechanical strength of sintered Mo alloyed steel by optimization of sintering and cold forging processes with densification, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 257 (2017) 012011.
- 2) Y. Kamakoshi, S. Nishida, K. Kanbe, I. Shohji: Finite element method analysis of cold forging for deformation and densification of Mo alloyed sintered steel, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 257 (2017) 012012.
- 3) 鎌腰雄一郎, 荘司郁夫, 井上紀子, 福田俊二 : Mo 系低合金焼結鋼の靱性および疲労強度向上のための焼結冷間鍛造工法と浸炭熱処理条件の最適化, スマートプロセス学会誌, Vol. 7 (2018) pp. 251-259.
- 4) Y. Morokuma, S. Nishida, Y. Kamakoshi, K. Kanbe, T. Kobayashi, and I. Shohji: Plastic deformation simulation of sintered ferrous material in cold-forging process, Materials Science Forum, Vol. 941 (2018) pp. 552-557.

謝 辞

本研究を進めるにあたり，終始変わらぬご指導およびご厚情を賜りました群馬大学大学院理工学府知能機械創製部門 荘司郁夫教授に深甚の謝意を表します。

私を気遣い子供達と家庭を支えてくれた妻のいづみと，多大なるご指導，ご助言および励ましを賜りました群馬大学大学院理工学府知能機械創製部門 西田進一助教に心より感謝申し上げます。

本論文の審査ならびに貴重なご助言および励ましを賜りました群馬大学大学院理工学府知能機械創製部門 井上雅博准教授，林偉民教授，松原雅昭教授，半谷禎彦教授に厚く御礼申し上げます。

本研究は，経済産業省による戦略的基盤技術高度化支援事業(サポイン事業)での成果の一部です。研究開発を進めるにあたり，貴重なご指導およびご助言を賜りました井上熱処理工業株式会社 井上吉弘 博士ならびに井上紀子様，元群馬産業技術センター 上席研究員 福田俊二様，藤焼結合金株式会社 岩井智様，阿部竜一様ならびに関口宏雄様，中部冷間株式会社 菅沼友章様，株式会社リガク 長尾圭吾様に心より感謝申し上げます。また，本研究のきっかけと良き出会いを与えて下さいました横浜国立大学 山本亮一様，北関東産学官研究会 三ツ松洋様，群馬県産業支援機構 奈良敬一様に心より感謝申し上げます。本研究を含め，長年多大なるご指導を賜りましたが，ご恩返しもできぬままご逝去されました元都立産業技術研究センター，藤木技術事務所 藤木榮 博士に哀悼の意を表しますと共に心より感謝申し上げます。

そして，本研究についてのご理解とご協力ならびに励ましを賜りました群馬産業技術センター所長 鈴木崇様，応用機械係長 小谷雄二様，前金属材料係長 黒岩広樹様，加部重好様，前材料技術係長 五十嵐昭様，前所長 宮下喜好様，後藤政弘様，石田一成様，高橋勇一様，荻野直彦様ほか群馬産業技術センター職員の皆様に心より感謝申し上げます。最後に，群馬大学大学院理工学府知能機械創製部門 諸隈湧気様，神戸滉士様，小川大我様ならびに荘司研究室の皆様に心より感謝申し上げます。