

# 真密度に近い緻密な焼結体を製造できる焼結冷間鍛造工法

## Sintering and Cold-Forging Process for High Density Sintered Materials

中村 尚道 NAKAMURA Naomichi JFE スチール 鉄粉セクター部 主任部員(課長)・工博  
上ノ菌 聡 UENOSONO Satoshi JFE スチール スチール研究所 鉄粉・磁性材料研究部 主任研究員(副部長)  
藤長 政志 FUJINAGA Masashi JFE スチール 東日本製鉄所 鉄粉・溶材部鉄粉・溶材技術室 主査(課長)  
小泉 晋 KOIZUMI Shin (株)日立製作所 オートモチブシステムグループ 第二事業本部生産本部  
技術部技術開発グループ 主任技師  
安間 裕之 ANMA Hiroyuki (株)日立製作所 オートモチブシステムグループ 第二事業本部生産本部  
技術部技術開発グループ 技師  
吉村 隆志 YOSHIMURA Takashi (株)日立製作所 オートモチブシステムグループ 第二事業本部生産本部  
技術部技術開発グループ 主任技師

### 要旨

Mo 系低合金鋼粉の焼結体に冷間鍛造を施すことにより、密度  $7.8 \text{ Mg/m}^3$  (真密度の 99%) まで緻密化された材料を得ることができた。この材料を  $860^\circ\text{C}$  で浸炭処理した後、焼入焼もどしを施すことにより、溶製材肌焼鋼に匹敵する表面硬度 60 HRC が得られた。浸炭処理の過程で鋼粉粒子間の焼結ネックが十分進行することが確認された。焼入焼もどし処理後の回転曲げ疲れ強さは 600 MPa に到達した。

### Abstract:

A Mo-alloyed sintered steel was successfully cold-forged to a density of  $7.8 \text{ Mg/m}^3$  (99% of the theoretical density). After a carburizing, quenching, and tempering (CQT) heat treatment, this high density material showed a surface hardness of 60 HRC, which is comparable to that of a wrought steel. It has been confirmed that the inter-particle sintering connection grows to its saturation level at the carburizing temperature of  $860^\circ\text{C}$ . The rotating bending fatigue strength of the CQT treated material was improved to as high as 600 MPa.

## 1. 序論

焼結機械部品の強度は密度によって支配されるため、これまで高密度の焼結材料を製造するため数多くの研究が行われてきた<sup>1)</sup>。焼結材料を冷間鍛造(以下、冷鍛)する方法は、真密度に近い焼結部材を製造可能な方法として提案されている<sup>2-6)</sup>。その基本的なプロセスを Fig. 1 に示した。溶製材を素材とする従来の冷鍛工法に対して、この工法は予備成形段階での形状自由度が高いという利点があるため、溶製材の冷鍛では複数の潤滑-冷鍛工程を繰り返さなければ製造できなかった複雑形状部品の 1 回の冷鍛工程で製造でき、リードタイムを大幅に削減できる可能性もある。

この工法の最大の課題は、焼結素材の変形能をいかに向上させるかということである。この課題解決のため、焼結素材にセメント球状化処理を施す方法<sup>4)</sup>や、低融点元素を添加して鉄粉粒子間の結合を高める方法<sup>5)</sup>が試みられてきた。また、焼結体を冷間で塑性変形させる過程での破壊挙動に関する基礎的な研究も行われている<sup>6)</sup>。しかしな

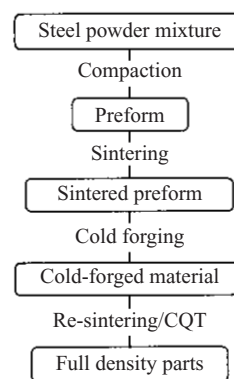


Fig. 1 Basic process flow of the sintering and cold-forging technique

がら、特に合金元素を添加した高強度素材では、大きな変形能を得るための知見が十分には得られていない。

本研究では、Mo 系合金鋼粉焼結体を素材として焼結冷鍛工法の適用条件を検討した。冷鍛後の密度は  $7.8 \text{ Mg/m}^3$  (真密度の 99%) に到達し、浸炭焼入焼もどし処理を施した冷鍛材料は溶製材肌焼き鋼に匹敵する表面硬度を示し

た。回転曲げ疲労強度は、従来の焼結材料より格段に優れた600 MPaまで向上した。強度向上のメカニズムについても熱力学的観点から考察する。

## 2. 実験方法

Mo系合金鋼粉に所定量の天然黒鉛粉と潤滑剤(ステアリン酸亜鉛)を混合して原料混合粉を作製した。この混合粉を室温で圧縮成形した後焼結し、さらに冷鍛して評価用試料を作製した。焼結にあたっては、予備実験により最適化された条件を適用した。また、成形および冷鍛は評価の目的に応じてTable 1に示す形状およびモードでそれぞれ行った。冷鍛前の焼結素材には、セメントタイト球状化処理は施さなかった。

基本的な変形能の評価にはφ30 mmの焼結素材(Table 1のNo. 1およびNo. 2)を用いた。引張試験は、冷鍛後再焼結した試料から直径5 mmの試験片を切り出して実施した(Table 1のNo. 3)。再焼結温度範囲は500~1130°C、雰囲気は10% H<sub>2</sub>-90% N<sub>2</sub>、焼結時間は1 hとした。粒子の結合度を評価するために、引張破断面を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した。

回転曲げ疲れ強さの測定にあたっては、引張試験片と同じ焼結素材から直径8 mmの試験片を切り出した(Table 1のNo. 4)。これを10% H<sub>2</sub>-90% N<sub>2</sub> 雰囲気中で1130°Cで再焼結した後、炭素ポテンシャル1%の雰囲気中で860°Cで浸炭処理し、油焼入れし、さらに150°Cで100 min 焼きもどしして、疲れ強さ測定用試験片とした。

比較材として同組成で密度が冷鍛された試料よりも低い(7.2 Mg/m<sup>3</sup> および7.5 Mg/m<sup>3</sup>)焼結体の疲れ強さ試験片も、従来の基本的なプロセスである1回成形-1回焼結法で作製した。密度は成形圧力で調整した。焼結は上述の冷鍛材再焼結と同様10% H<sub>2</sub>-90% N<sub>2</sub> 雰囲気中で1130°C×1 h行った。さらに、溶製材SCM415(1.0% Cr-0.3% Mo-0.7% Mn-0.15% C)の疲労試験片も比較のため作製した。いずれの比較材も、焼結冷鍛工法による疲労試験片と同条件の浸炭焼入れ焼きもどし処理を施した。

## 3. 結果および考察

### 3.1 冷鍛性

潤滑一軸圧縮テスト結果の例をPhoto 1に示した。このテストでは、焼結素材(Photo 1(a))を平らな圧縮盤に挟んで室温で加圧した。圧縮盤と焼結素材との間には潤滑のためテフロンシートを挟んである。加圧された素材は高さ方向に縮むとともに面方向に拡がり、圧縮後の試料(Photo 1(b))の密度は7.8 Mg/m<sup>3</sup>に達した。肉眼では亀裂は観測されなかった。この圧縮試験における据込み率Zを、

$$Z = (H_0 - H) / H_0 \dots\dots\dots (1)$$

と定義する。ここで、H<sub>0</sub>とHはそれぞれ圧縮前および圧縮後の試料の高さである。上述した圧縮テストでは、H<sub>0</sub> = 14 mm および H = 4.2 mm と実測されたので、Photo 1での据込み率Zは70%と計算される。試料に亀裂が発生しない最大据込み率を据込み限界Z<sub>c</sub>とすると、Photo 1に示した焼結素材のZ<sub>c</sub>は70%を超えることが分かる。

これまでも焼結素材の据込み限界に関する報告はいくつかある。早坂<sup>5)</sup>は、Cr系合金鋼粉で限界据え込み率44%、そのときの到達密度は7.65 Mg/m<sup>3</sup>と報告している。また天野ら<sup>4)</sup>は、合金鋼粉ではセメントタイト球状化処理を施さなければ据込み冷鍛できないと報告している。したがって、本研究の焼結素材は冷鍛性が著しく改良されたものであると考えられる。

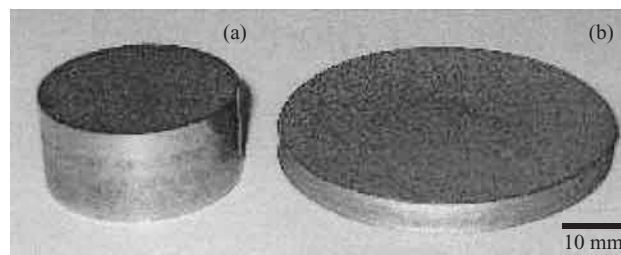


Photo 1 A sintered preform (a) and a densified material (b) through a frictionless compression test

Table 1 Summary of the sample preparation conditions

Number	Dimensions of the sintered preform	Cold-forging deformation mode	Area reduction rate	Machining
1	φ30 × 14 mm	Frictionless axial compression	-	-
2	φ30 × 14 mm	Backward extrusion	80%	-
3	75 × 55 × 17 mm	Backward extrusion	77%	φ5 mm bars for tensile tests
4	75 × 55 × 17 mm	Backward extrusion	77%	φ8 mm bars for fatigue tests

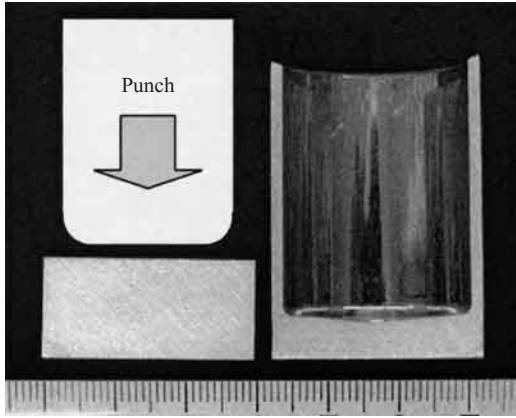


Photo 2 A sintered preform (left) and a backward extruded material (right)

優れた冷鍛性を示すさらに一つの実験例を **Photo 2** に示す。これは、Photo 1 の据込みテストに用いたものと同じ直径 30 mm の焼結素材を、断面積減少率 80% の後方押し出しモードで冷鍛したものである。冷鍛された試料 (Photo 2 の右側) の高さは冷鍛前の焼結素材 (Photo 2 の左側) の 2 倍以上に達しているが、肉眼で確認できる亀裂は形成されていない。冷鍛された資料に浸炭焼入焼きもどし処理を施すと、表面硬度は 60 HRC に到達した。これは、溶製材 SCM415 を同条件で熱処理した場合の表面硬度に匹敵する。

焼結素材の塑性変形の特徴は、密度が変形の進行とともに増加することである<sup>6,7)</sup>。したがって、焼結素材の形状や冷鍛モードを設計する際には、密度が最大限に向上するように変形度を確保することが必要である。焼結素材の直径を  $D$ 、据込み冷鍛後の直径を  $D_0$  とすると、一軸据え込み圧縮における Poisson 比  $\nu$  は、径方向ひずみ  $\epsilon_r = \ln(D/D_0)$  および軸方向ひずみ  $\epsilon_z = -\ln(H/H_0)$  を用いて、

$$\nu = -d\epsilon_r/d\epsilon_z \dots\dots\dots (2)$$

と与えられる。Kuhn ら<sup>7)</sup> は、焼結素材のように空孔を含む材料に関する  $\nu$  の表式として、

$$\nu = 0.5\rho^c \dots\dots\dots (3)$$

を提案した。ここで  $\rho$  は真密度で正規化された密度である。また定数  $c$  は、 $\rho < 96\%$  の範囲での実験結果からと (3) 式との比較から 1.92 と見積もられている。

本研究の Mo 系焼結素材について、(2) 式に基づいて  $\nu$  の値を見積もった結果を **Fig. 2** に示した。焼結素材は異なる 3 条件で作製したが、作製条件によらず (3) 式の密度依存性とよく一致することが分かる。このことは、従来の塑性変形理論が真密度に近い領域でも成立し、本研究の Mo 系焼結素材を用いた焼結冷鍛工法における形状設計や工法設計に応用可能であることを示す。

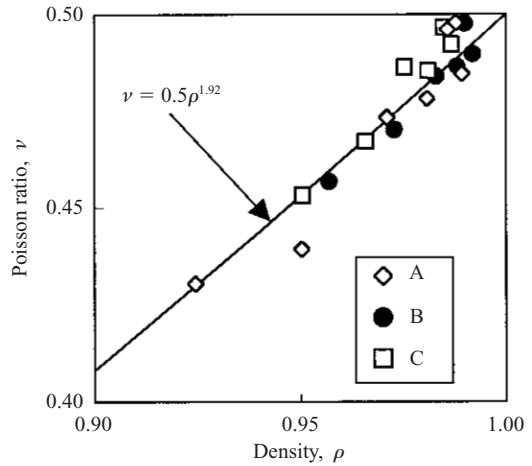


Fig. 2 Relationship between Poisson ratio vs. density

### 3.2 焼結性

冷鍛後再焼結した試料の引張破断面の SEM 像を **Photo 3** に示した。再焼結温度は 500°C (Photo 3(a)) および 1130°C (Photo 3(b)) である。いずれにも延性破断痕と考えられるディンプル状の構造が認められるが、再焼結温度が高い Photo 3(b) の方がより顕著である。ここでディンプル面積率  $S_D$  を、全視野面積に対するディンプル形成部の面積で定義する。焼結により鉄粉粒子の結合が形成された部分が延性破壊してディンプルが形成されたと考え、 $S_D$  は焼結進行の指標となる。計算機画像解析により算出した  $S_D$  を、再焼結温度の関数として **Fig. 3** に示した。再焼結温度の上昇とともに  $S_D$  は増加するが、860°C で約 90% に達し、これより上の温度範囲ではほぼ一定である。

焼結の進行は、原子拡散による焼結ネックの成長と考えられる (**Fig. 4**)。2 個の粒子間の焼結ネック幅  $X$  が原子拡散によって増加する挙動は

$$X^n = CD/T \dots\dots\dots (4)$$

と表される<sup>8)</sup>。ここで、 $D = D_0 \exp(-Q/RT)$  は拡散係数、 $D_0$  は頻度定数、 $Q$  は活性化エネルギー、 $R$  はガス定数である。また指数  $n$  は、およそ 6 と近似できる。係数  $C$  は粒子径、表面エネルギー、原子体積および焼結時間といった因子からなるが、本研究の実験条件では定数とみなすことができる。このモデルは、2 粒子間に形成された単一のネックに関するものであるが、これを多粒子の系に適用するために焼結ネック数を代表する因子  $N$  を導入する。また、面積の次元を持つ  $S_D$  の平方根  $S_D^{1/2}$  を系に含まれるネックの長さの総和を示す量と考え、(4) 式は  $(S_D^{1/2})^6 = NCD_0 \exp(-Q/RT)/T$  と書き換えられる。Photo 3 の SEM 像から見積もった  $S_D$  には再焼結の効果に加えて冷鍛前の焼結素材の粒子結合度も含まれている。したがって、再焼結の効果のみを評価するためには、焼結素材のディンプル

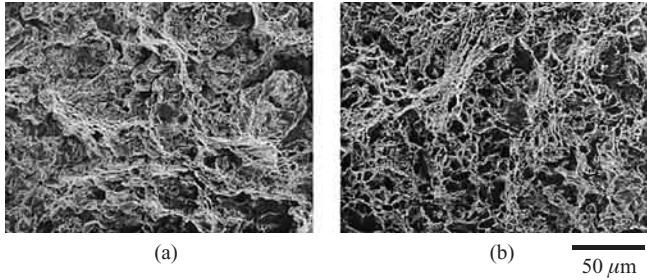


Photo 3 SEM images of the tensile fractured surfaces of the cold-forged material re-sintered at 500°C(a) and 1130°C(b)

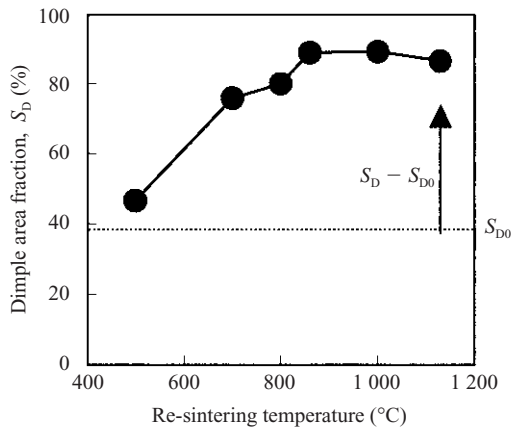


Fig.3 Relationship between dimple area fraction vs. re-sintering temperature

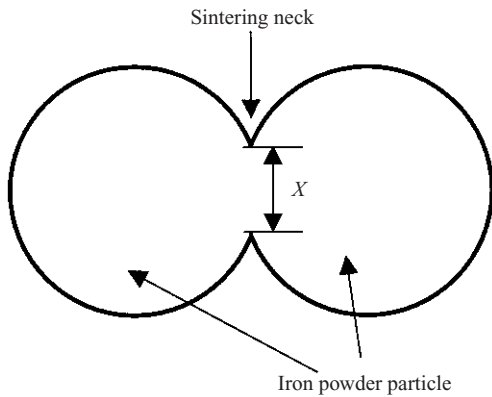


Fig.4 Schematic illustration of the connection between two particles

面積率( $S_{D0}$ )を  $S_D$  から引くべきである。このような、ディンプルの成長データから焼結進行の表現するモデルとして、

$$(S_D - S_{D0})^3 = NCD_0 \exp(-Q/RT)/T \dots\dots (5)$$

が最終的に導出される。なお、 $S_D$  と同じ方法で見積もった結果  $S_{D0}$  は 40%であった。

導出した(5)式にしたがって、 $\ln\{T(S_D - S_{D0})^3\}$  と  $1/T$  でアレニウスプロットを行った結果を Fig. 5 に示した。実際に焼結が進行している再焼結温度領域(860°C 以下)での活性化エネルギー  $Q$  は、Fig. 5 のプロットを直線近似するこ

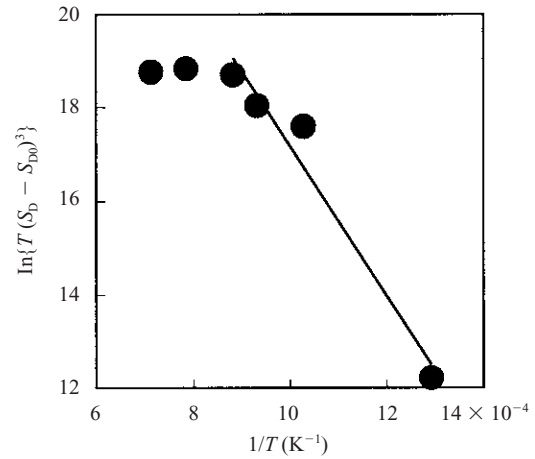


Fig.5 Arrhenius plot according to Eq. (6)

とにより 130 kJ/mol と見積もられる。代表的な拡散機構として表面拡散と体積拡散があるが、その活性化エネルギーはそれぞれ 120~130 kJ/mol<sup>9,10</sup> および 280 kJ/mol<sup>11</sup> と見積もられている。見積もった  $Q$  の値は前者に近い。したがって、再焼結過程においては体積拡散よりも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と考えられる。これは、922°C 以下の領域では表面拡散が支配的な焼結機構であるとした文献<sup>12</sup>)とも矛盾しない結果である。

### 3.3 疲れ強さ

浸炭焼入焼きもどし処理を施した試料の回転曲げ疲れ強さを密度の関数として Fig. 6 に示した。疲れ強さは密度の上昇とともに増加し、冷鍛で緻密化されたものは 600 MPa に達した。この図に示した試料は冷鍛後に再焼結を施したが、再焼結を省略してその後は同処理を施した緻密な材料も、同様に 600 MPa の疲れ強さを示した。この値は溶製材 SCM415 に同条件の熱処理を施した場合(760 MPa)の約 80%に相当する。

疲れ強さが再焼結の有無によらないのは、前節で述べた

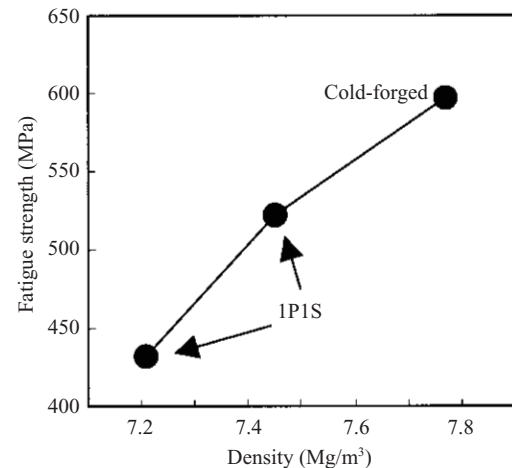


Fig.6 Relationship between density vs. fatigue strength

焼結ネックの成長挙動で説明可能である。再焼結を施さなかったとしても浸炭熱処理工程で試料は 860°C に加熱される。この温度は、Fig. 3 に示すように焼結ネックの成長が飽和に達する温度である。したがって、浸炭熱処理の過程で再焼結が同時に進行するために、再焼結工程を別に設けたものと同程度の疲れ強さが得られるものと考えられる。Danninger ら<sup>13)</sup> は Mo 系の合金鋼粉について、焼結ネックが疲れ強さを支配することを報告しており、本研究の結果はこの報告と矛盾しないものである。

上述のように、溶製材に比べると焼結冷鍛された材料は 20% 程度疲れ強さが低い。その原因の一つとして考えられるのは、 $1 - S_D = 10\%$  程度残留している未結合部分や空孔である。また、介在物や合金元素分布の不均一性も疲れ強さに影響すると報告されている<sup>14)</sup>。焼結冷鍛工法による緻密な材料の疲れ強さを支配する機構についてはまだ未解明の部分が多く、疲れ強さ以外の機械特性とも併せて今後さらに研究が必要である。

#### 4. 結論

- (1) Mo 系合金鋼粉により、高い冷鍛性を持つ焼結素材を作製した。断面積減少率 80% の後方押し出しモードでも冷鍛可能であり、冷鍛後の密度は  $7.8 \text{ Mg/m}^3$  (真密度の 99%) に到達する。
- (2) 860°C 程度の比較的低い温度でも、焼結ネックの成長は飽和に達する。表面拡散が支配的な焼結機構であることが、熱力学的な解析により示唆される。
- (3) 冷鍛後に浸炭焼入れ焼きもどし処理を施すことにより、表面硬度 60 HRC、回転曲げ疲れ強さ 600 MPa が得られる。
- (4) 再焼結を施さなくても回転曲げ疲れ強さは保持される。浸炭焼入れ温度で十分成長する焼結ネックが回転曲げ疲れ強さに寄与していると考えられる。

#### 参考文献

- 1) Skoglund, P.; Kejzerman, M.; Hauer, I. "High density PM components by high velocity compaction." *Advances in Powder Metallurgy & Particular Materials-2002, part 4*. Princeton, NJ, Metal Powder Industries Federation, 2002, p. 85-95.
- 2) Dower, R. J.; Mills, G. I. The cold forging of two automobile components from sintered powder preforms. *Powder Metall. Int.* vol. 11, no. 3, 1979, p. 101-102.
- 3) Antes, H. W. "Cold forging iron and steel powder preforms." *Modern Developments in Powder Metallurgy*. vol. 4. New York, Premium Press,

- 1971, p. 415-424.
- 4) 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, p. 49-59.
- 5) 早川忠郎. 高強度機械部品材料の開発. 粉体および粉末冶金. vol. 33, no. 1, 1986, p. 1-10.
- 6) Jha, A. K.; Kumar, S. Deformation characteristics and fracture mechanism during the cold forging of metal powder preforms. *Int. J. Mach Tool Des. Res.*, vol. 26, no. 4, 1986, p. 369-384.
- 7) Kuhn, H. A. and Downey, C. L. Deformation characteristics and plasticity theory of sintered powder materials. *Int. J. Powder Metall.* vol. 7, no. 1, 1971, p. 15-25.
- 8) German, R. M. *Powder Metallurgy of Iron and Steel*. New York, John Wiley & Sons, Inc., 1998, p. 188.
- 9) Geguzin, Ya. Ye.; Kovalev, G. N.; Ratner, A. M. Investigation of some of the physical processes which occur on the surface of crystalline solids at high temperature. *Phys. Metal. Metalloved.* vol. 10, 1960, p. 45-57.
- 10) Mills, B.; Douglas, P.; Leak, G. M. Surface self-diffusion of nickel. *Trans. Metall. Soc. AIME*. vol. 245, 1969, p. 1291-1296.
- 11) Kučera, J.; Million, B.; Růžicková, J.; Foldyna, V.; Jakobov, A. Self-diffusion of iron in  $\alpha$ -phase of iron and Fe-Cr alloys. *Acta Met.* vol. 2, 1974, p. 135-140.
- 12) Fischmeister, H.; Zahn, R. Mosellversuche zum Sintermechanismus von Reinsteinen. Bericht ber II. Internationale Pulvermetallurgische Tagung in Eisenach, Akademi-Vrelag, 1962, p. 93-98.
- 13) Danninger, H.; Spoljaric, D.; Weiss, B.; Preitfellner, J. "Microstructure-property relationships of a high strength sintered steel." *Advances in Powder Metallurgy and Particular Materials*. vol. 5. Princeton, NJ, Metal Powder Industries Federation, 1992, p. 227-237.
- 14) Danninger, H.; Jangg, G.; Weiss, B.; Stickler, R. Microstructure and mechanical properties of sintered iron part I. Basic considerations and review of literature. *Powder Metall. Int.* vol. 25, no. 3, 1993, p. 111-117.



中村 尚道



上ノ蘭 聡



藤長 政志



小泉 晋



安間 裕之



吉村 隆志