

ハイブリッド型Mo系合金鋼粉を用いた鉄系焼結材料 の高疲労強度化に関する研究

宇波, 繁

<https://doi.org/10.15017/1654986>

出版情報：九州大学, 2015, 博士（工学）, 論文博士
バージョン：
権利関係：全文ファイル公表済



ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた鉄系焼結材料の
高疲労強度化に関する研究

宇波 繁

ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた鉄系焼結材料の高疲労強度化に関する研究

目次

第1章	緒論	1
	参考文献	7
第2章	温間金型潤滑成形法による高密度焼結体の疲労特性	10
	2.1 本章の目的	10
	2.2 温間金型潤滑成形法の特徴	10
	2.3 実験方法	13
	2.3.1 原料粉	13
	2.3.2 試験片作製条件	13
	2.3.3 評価方法	14
	2.4 実験結果	16
	2.4.1 抜出力および圧粉密度	16
	2.4.2 焼結体の機械的特性	17
	2.4.3 焼結・浸炭熱処理材の特性	19
	2.5 考察	21
	2.5.1 面圧疲労時の組織変化と面圧疲労強度の関係	21
	2.5.2 白色相の微細組織	26
	2.6 結言	28
	参考文献	28
第3章	ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の開発	30
	3.1 本章の目的	30
	3.2 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の設計思想	30
	3.3 実験方法	33
	3.3.1 原料粉	33
	3.3.2 試験片作製条件	33
	3.3.3 評価方法	33
	3.4 実験結果	34
	3.5 考察	37
	3.5.1 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結挙動	37
	3.5.2 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結機構	39

3.6 結言	40
参考文献	40
第4章 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結・浸炭熱処理材の回転曲げ疲労強度	42
4.1 本章の目的	42
4.2 試料および実験方法	42
4.2.1 原料粉および試験片作製条件	42
4.2.2 評価方法	43
4.3 実験結果	43
4.4 考察	47
4.4.1 回転曲げ疲労強度の向上機構	47
4.4.2 焼結性に及ぼす Ni, Cu 添加の影響	50
4.5 結論	51
参考文献	52
第5章 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉焼結体の実部品への適用	53
5.1 本章の目的	53
5.2 実験方法	53
5.2.1 原料粉	53
5.2.2 試験片作製条件	54
5.2.3 評価条件	54
5.3 実験結果および考察	54
5.4 結言	55
参考文献	55
第6章 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉焼結体の転造による面圧疲労強度の向上	56
6.1 本章の目的	56
6.2 試料および実験方法	56
6.2.1 試料	56
6.2.2 転造方法	56
6.2.3 浸炭焼き入れ	57
6.2.4 評価方法	58
6.2.5 最大せん断応力解析方法	60
6.3 実験結果および考察	60
6.3.1 気孔率	60

6.3.2 硬度分布	62
6.3.3 面圧疲労強度	63
6.3.4 損傷形態	64
6.4 結言	66
参考文献	66
第7章 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた焼結歯車の歯元転造加工による 歯元曲げ疲労強度の向上	67
7.1 本章の目的	67
7.2 試料および実験方法	67
7.2.1 試料	67
7.2.2 転造方法	68
7.2.3 浸炭熱処理	69
7.2.4 歯元曲げ疲労試験	69
7.3 実験結果および考察	71
7.3.1 表面緻密化特性	71
7.3.2 組織および硬度分布	71
7.3.3 歯元曲げ疲労強度	73
7.4 結言	73
参考文献	74
第8章 総括	75
8.1 高密度成形工法の開発	75
8.2 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の開発	75
8.3 転造工法の適用	76
謝辞	77

第1章 緒論

鉄粉を主原料とした粉末冶金の歴史は半世紀を超え、複雑な形状の部品を安価に大量に製造することが可能であるなどの特徴から、工業製品への応用は拡大の一途をたどっている。この技術によって生産される製品の用途は、機械構造部品と磁性部品に大別でき、主原料である粉末冶金用鉄粉の消費量は、日本において 2014 年に約 11 万トンであり、素形材産業の中で重要な地位を占めている。この技術による製品の用途を詳しく見れば、Fig. 1-1 に示すように、日本における全製品の 90%以上は自動車向けであり、Fig. 1-2 に示すように、2014 年に日本では自動車 1 台あたり約 9 kg の鉄系粉末冶金製品が搭載されている [1]。

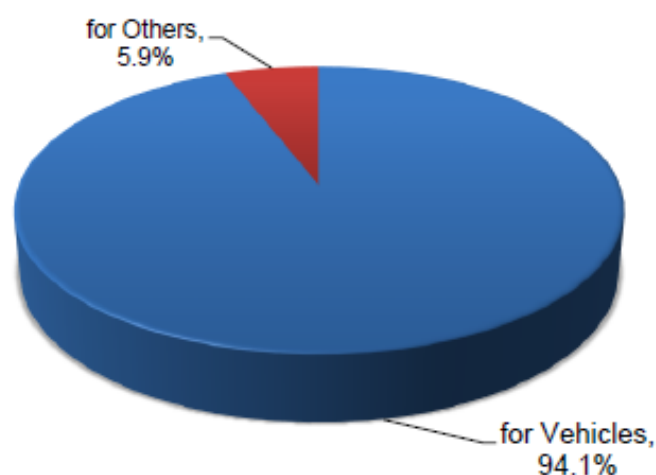


Fig.1-1 Analysis of demand for machine parts (2014).

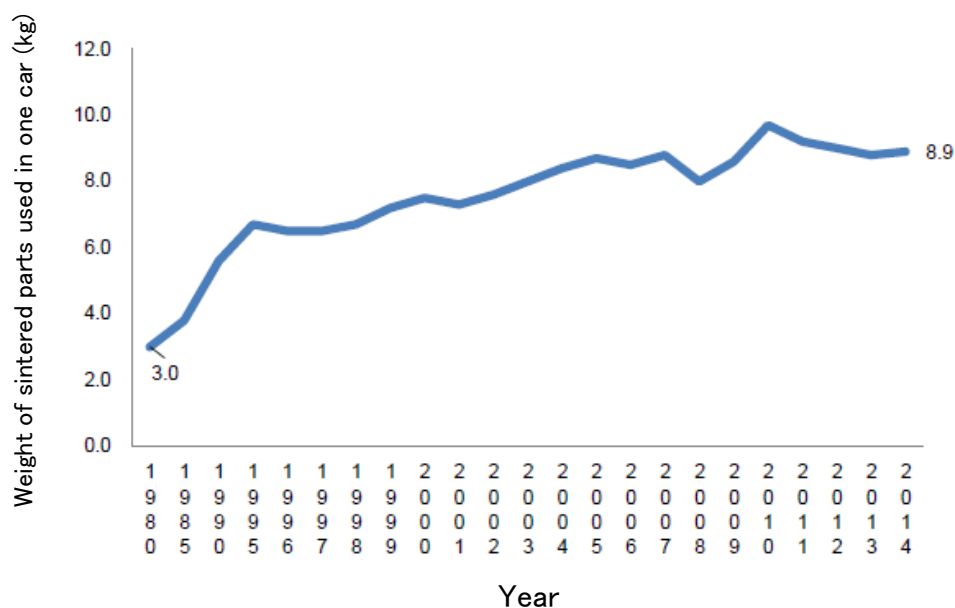


Fig.1-2 Change in the average weight of sintered parts used in one car in Japan.

鉄粉を主原料とした粉末冶金製品製造プロセスを Fig. 1-3 に示す。鉄粉の平均粒径は70～80 μm であり、焼結体の機械的強度を高める目的で、黒鉛粉、必要に応じて銅粉あるいはニッケル粉が副原料として鉄粉と混合される。成形品を金型からとり出す際に、成形品と金型の摩擦が大きいと、製品に割れや欠けが発生しやすく、金型の寿命も短くなるため、通常、原料粉に 0.8～1.0mass%程度の潤滑剤を添加して、成形品と金型間の潤滑性能を高める。潤滑剤としては、ステアリン酸亜鉛などの金属石鹸や、エチレンビスステアロアミドなどのワックスが用いられることが多い。成形体は、1100～1300℃程度の非酸化性の雰囲気中で焼結される。焼結中に黒鉛や非鉄金属元素が鉄粉中に拡散し、冷却過程における冷却速度に応じて、種々の金属組織が生じるため、それを利用して所望の機械的特性を得ることができる。高強度の焼結機械部品が必要な場合には、浸炭焼入れなどの種々の熱処理を施すこともある。

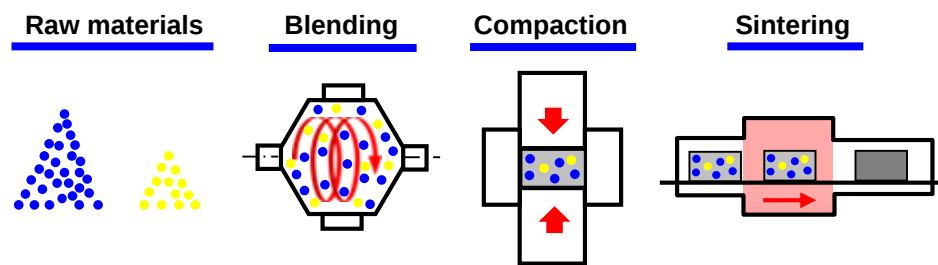


Fig.1-3 Manufacturing process of powder metallurgy parts.

鉄系の粉末冶金製品の需要をさらに拡大させるためには、粉末冶金が本来有する特徴である低コスト、高生産性、形状自由度、高寸法精度などの特徴を犠牲にせずに、引張強さ、衝撃値、硬さ、疲労強度、耐摩耗性などの基本的な機械的特性のさらなる向上を進めることが要求される。粉末冶金製品には本質的に気孔が残存し、この気孔は欠陥として働くため、できるだけ気孔の低減・微細化を図ることが機械的特性を高める本質的かつ最も有効な方法である[2]。

気孔を低減・微細化するためには、粉末冶金プロセスの工程毎に、各種の方法が検討されている。例えば、成形による気孔の低減(高密度化)、焼結時の気孔の低減・微細化、焼結後の加工による気孔の低減が検討されている。

各種の高密度化工法の概要を Fig. 1-4 に、密度と製造コストの関係を Fig. 1-5 に示す。製造コストは、最も一般的な製造プロセスである 1 回成形・1 回焼結法(1P1S)のコストを1とした相対的な製造コストとして表した。成形・焼結のプロセスを繰り返す 2 回成形 2 回焼結法(2P2S)[3]は、7.3～7.5 Mg/m^3 の密度が得られ、1990 年代に各種の高強度部品に適用されていたが、製造コストが大きく上昇してしまうため、近年ではあまり採用されなくなっている。

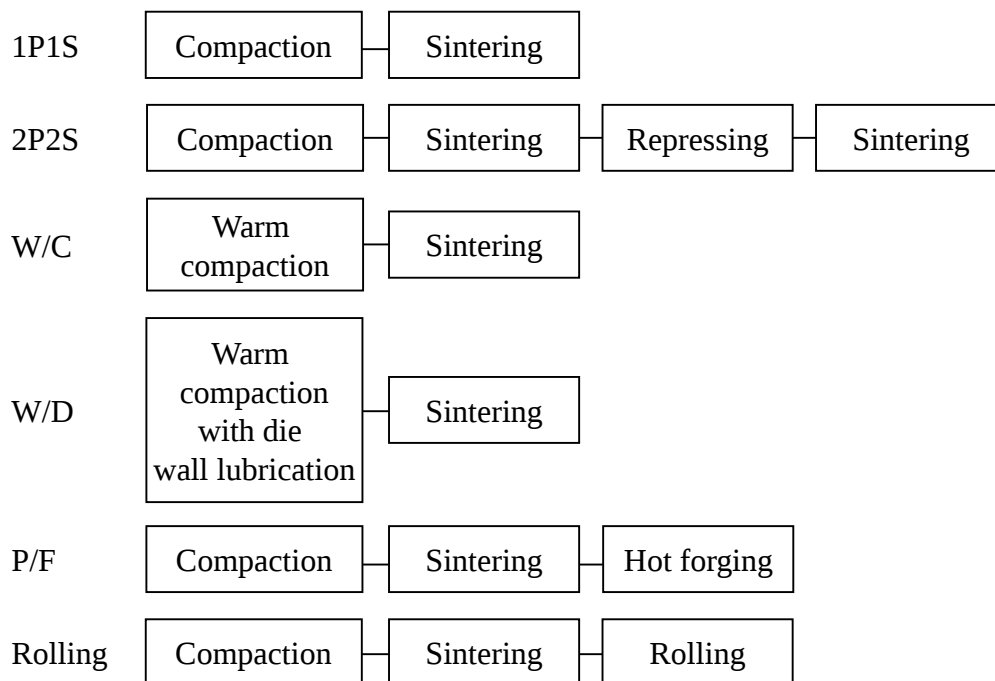


Fig.1-4 Various high density compaction methods.

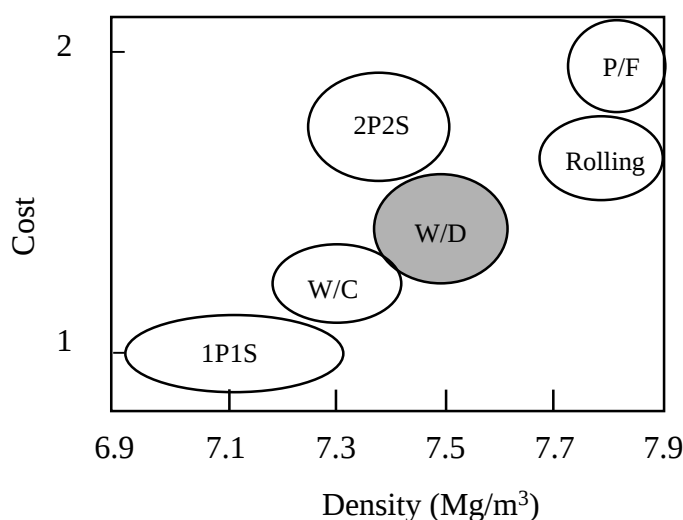


Fig.1-5 Relationship between density and cost in various compaction methods.

粉末および金型を予め加熱し、130～160℃程度の金型中で成形する温間成形法(W/C)[4-5]は、2000年代に広まったが、得られる密度が7.3 Mg/m³程度に留まるため、用途が限られていた。1回成形・1回焼結法で製造した成形体を熱間鍛造する焼結鍛造法(P/F)[6]は、ほぼ真密度が得られるため、溶製鋼材と同等の高い疲労強度が得られる。また、重量精度に優れる利点も生かし、自動車エンジンのコネクティングロッドに適用され、振動が少なく静音性に優れた部品として製造されている。しかし、専用の製造ラインが必要となるた

め、まとまった量がないとコストが合わず、一般的な高強度部品への適用までには至っていない。

そこで、著者らは、より安価で簡便な高密度化工法として、潤滑剤の添加量を低減した高密度成形用プレミックス粉と、温間成形法および金型潤滑法を組み合わせた温間金型潤滑成形法(W/D)[7]を提案した。この工法によれば、温間成形法とほぼ同等のコストで、 7.5 Mg/m^3 程度のより高い密度が実現できる。

鉄粉と潤滑剤からなる混合粉について、潤滑剤添加量に対する圧粉体の理論密度の関係を Fig. 1-6 に示す。理論密度は、鉄粉、黒鉛、潤滑剤の真比重をそれぞれ 7.87, 2.27 および 1.00 とし、空隙がまったくない状態に成形したと仮定した場合の圧粉体の密度として算出した。比重の小さい潤滑剤の添加量を低減することができれば理論密度が高くなることが分かる。温間金型潤滑成形法では、金型に塗布された粉末潤滑剤によって成形体と金型間の摩擦を緩和できるため、内部潤滑剤添加量の少ない原料粉末を、成形体の割れや欠けなどの問題を発生させずに成形することが可能となる。通常の成形法では内部潤滑剤添加量が 0.8mass%程度必要となるのに対し、金型潤滑を用いることにより 0.1~0.2mass%程度の量に低減可能である。温間金型潤滑成形法では、温間成形法用潤滑剤[8]を 0.2mass%程度添加・混合した原料混合粉末を使用する。内部潤滑剤添加量の低減効果により理論密度は 0.3 Mg/m^3 程度向上する。実際の成形では、理論密度まで到達することは難しいが、理論密度が高ければ、得られる圧粉体の密度も高くなると考えられる。潤滑剤は、焼結で蒸発・分解するため、圧粉体中に潤滑剤の存在していた領域が焼結体中の気孔となる。したがって、内部潤滑剤添加量の低減により圧粉体の密度が高くなることができれば、焼結体の密度も向上できる。

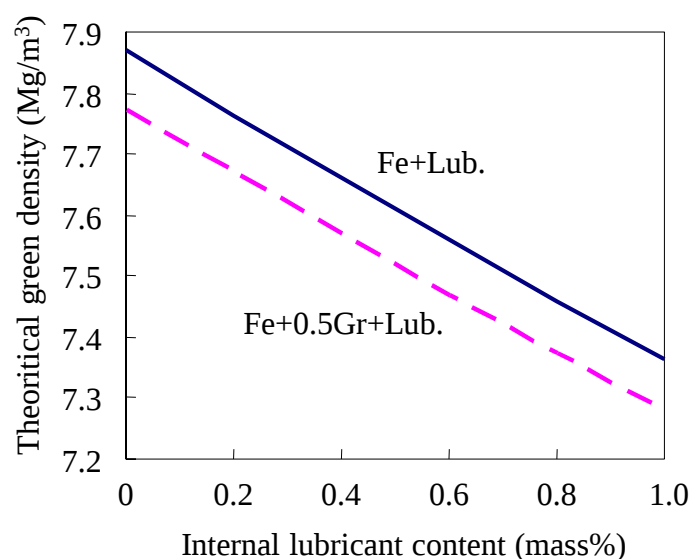


Fig.1-6 Theoretical green density calculated using the mixing ratio of internal lubricant.

しかしながら、自動車トランスミッション用歯車などの高負荷歯車の製造には、上述してきた通常のプレス成形や 7.5 Mg/m^3 程度の密度に高めたとしても、内部に多数の気孔が残存し強度が不十分なため、適用が困難である。そのため、現在、SCM415 などの溶製材が使用されているが、ブランク加工、ホブ切り、シェービング加工、熱処理など多くの加工工程を要しており、非常に高コストとなっている。また、焼結鍛造法では、特性上は問題ないものの、製造コストが溶製材と変わらなくなり、粉末冶金法のメリットがなくなってしまう。

そこで、高負荷歯車の生産性向上とコスト低減に向けて、粉末焼結体プリフォームに転造を施すことで素材表面層近傍のみを局所的に緻密化し、歯車の精度と、面圧や歯元曲げ疲労強度を同時に向上させ、溶製材歯車に匹敵する高性能な鉄系焼結合金歯車の製作を目的とした研究も行われている[9-15]。転造工法のコストは、従来の溶製鋼材に比べ、25～30%の低減が可能であると期待されている。

一方、鉄系焼結材料の高強度化の課題に対して、成形方法や加工方法による高密度化だけでなく、原料粉についても多種多様な合金成分や合金化方法の開発が進められてきている。鉄系粉末冶金製品の大部分は、鉄粉と 1～3mass%の銅粉、0.6～1mass%の黒鉛粉を混合した原料粉を、成形、焼結し製造される Fe-Cu-C 系焼結部品が占める。Fe-Cu-C 系焼結部品の引張強さは 300～400 MPa 程度であり[16]、中強度の比較的安価な部品に適している。引張強さが 600 MPa 以上の高強度が必要な場合は、Ni, Mo, Cu などの合金化成分を利用する低合金鋼粉が適用されている。

低合金鋼粉の合金化方法を Fig. 1-8 に示す。製造法で分類すると、粉末粒子が完全に合金化されているプレアロイ鋼粉(完全合金化鋼粉)、鉄基粉末表面に合金化成分粉を部分的に拡散付着させた拡散合金鋼粉に大別される。

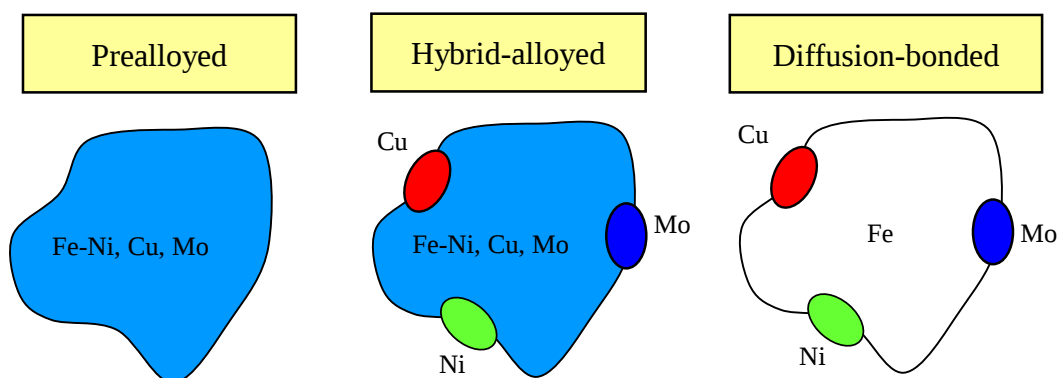


Fig.1-7 Alloying methods of low alloy steel powders.

プレアロイ鋼粉は、所定の合金成分の溶鋼を水アトマイズ法で噴霧した後、還元性ガスにより還元・焼鈍することで、製造されている。鋼粉中の合金成分の固溶硬化によって圧縮性は低くなってしまうが、成分および焼結体組織の均一性は高い。組成としては、Ni-Mo 系[17]、Mo 系[18]、Cr-Mn-Mo 系[19, 20]、Cr-Mo-V 系[21]などのプレアロイ鋼粉が開発されている。

拡散合金鋼粉は、高純度の鉄粉に Ni, Cu, Mo などの合金成分粉を加熱により、鉄粉表面に部分的に拡散付着させたものであり、圧縮性が高い、合金成分が偏析しないなどの利点がある。Fe-4mass%Ni-1.5mass%Cu-0.5mass%Mo がもっとも代表的な組成である[22]。拡散合金鋼粉には、ベース粉にプレアロイ鋼粉を用いて合金化成分粉を拡散付着させたものもあり、Mo プレアロイ鋼粉に Ni, Cu を拡散付着(部分合金化)したもの[23]、Mo プレアロイ鋼粉に Ni を拡散付着したもの[24]が開発されている。このようなプレアロイ鋼粉にさらに拡散付着したものはハイブリッド型合金と呼ばれており、プレアロイ型と拡散合金型の両方の特徴を有する。

これらの多くの低合金鋼粉が開発されている中で、現在、高強度焼結部品に広く使用されている合金鋼粉は、微細なカルボニル Ni 粉を拡散付着した合金鋼粉が主流である。例えば、4mass%Ni 系合金鋼粉は、純鉄粉をベース粉に使用しているため圧縮性が高く、高密度が得られる特徴があるが、問題点としては、合金成分の焼結時の拡散不足に起因する低強度の組織が存在するため、多量の合金を添加している割には強度が低いことが挙げられる。使用する Ni 粉の価格変動や、メーカー寡占による供給不安もたびたび問題となっている。

原料粉に対する具体的な課題として、高い面圧疲労強度を要求される自動車エンジンのサイレントチェーン sprocket に、1.5mass%Mo プレアロイ合金鋼粉に 2mass%Ni を拡散付着させたハイブリッド型合金鋼粉の高温焼結(1190℃)・浸炭熱処理材が使用されている[24]が、原料粉末の高価格、高温焼結によるコスト高が問題となっている。そこで、Ni を添加せずに、さらに一般的に広く用いられているメッシュベルト炉の比較的低温の焼結温度(1110～1150℃)でも、焼結時に気孔の微細化が図れる低合金鋼粉が強く要望されていた。

本研究では、焼結材料に本質的に残存する気孔を低減・微細化するため、

- ① 成形による高密度化(温間金型潤滑成形法の開発)
- ② 焼結性向上による気孔の微細化(焼結性に優れる合金鋼粉の開発)
- ③ 後加工による高密度化(転造の適用による表面緻密化)

を検討し、機械的特性の向上、とりわけ、疲労強度の向上を目的とした。

本論文の構成は以下の通りである。

第1章では、従来の高密度化工法および合金鋼粉の課題についてまとめる。

第2章では、成形による高密度化を目的とし、新規な高密度成形工法である温間金型潤滑成形法を開発した結果および温間金型潤滑成形法を従来の低合金鋼粉に適用した場合の

焼結体特性を述べる.

第3章では, 成形による高密度化に加え, 焼結性向上による気孔の微細化を目的として開発した, 焼結性に優れる新規な合金鋼粉(ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉)の設計思想および焼結機構, さらに温間金型潤滑成形法を適用した場合の焼結・浸炭熱処理材の面圧疲労強度について述べる.

第4章では, ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結・浸炭熱処理材の回転曲げ疲労強度向上に及ぼす焼結性向上(気孔分布), 合金濃度分布の影響について述べる.

第5章では, 実部品への適用結果(ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉および温間金型潤滑成形法)について述べる.

第6章では, 後加工による高密度化を目的とし, 表面を緻密化する転造工法をハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉に適用し, ローラ状試験片で面圧疲労強度の向上を検討した結果を述べる.

第7章では, ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉に転造工法を適用した歯車を試作し, 歯元曲げ疲労強度の向上を検討した結果を述べる.

第8章では, 本研究の総括を述べる.

参考文献

- 1) 日本粉末冶金工業会 HP, http://www.jpma.gr.jp/statistics/pdf/statistics_e.pdf, 2015/12/28.
- 2) B. Lindqvist: Influence of Microstructure and Porosity on Fatigue Properties of Sintered Steels, Metal Powder Report, June (1989) 443-448.
- 3) K. Ogura, S. Takajo, Y. Maeda, J. Katsuki and K. Sakurada: Densification of Sintered Compacts Made from Alloyed Steel Powder by Repressing and Their Properties, Kawasaki Steel Technical Report, 21(1989) 250-254.
- 4) U. Engström, B. Johansson and J. Rassmus: Porosity and Properties of Warm Compacted High Strength Sintered Steels, Proc. of 1998 Powder Metallurgy World Congress & Exhibition, (1998) 21-26.
- 5) Y. Ozaki, S. Uenosono and K. Ogura: An Analysis of Compaction Behaviors of Iron Powder During Warm Compaction, Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, vol.1. part 2, (1999) 109-116.
- 6) T. Ohnishi, A. Takahashi, C. Tsumuki and I. Nagare: Connecting Rod by Powder Forging, Bulletin of the Japan Institute of Metals, 22 (1983) 537-539.
- 7) 宇波繁, 尾崎由紀子, 上ノ菌聡: 高密度自動車焼結部品用鋼粉—疲労特性に優れた高密度焼結体 that 得られる鋼粉およびその成形法—, JFE 技報, No. 4 (2004) 70-76.
- 8) Y. Ozaki, S. Unami and S. Uenosono: Pre-mixed Partially Alloyed Iron Powder for Warm

Compaction: KIP Clean Mix HW Series, KAWASAKI STEEL TECHNICAL REPORT, 47 (2002) 48-54.

9) T. Takemasu, H. Miura, Y. Nii, T. Koide and T. Ozaki: Finish Form Rolling of Sintered Fe Alloy Gears Using Screw-Shaped Tool, J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, Vol. 53, No. 9 (2006) 718-724.

10) T. Takemasu, H. Miura, and K. Komoto: Development of High Precision and Strength Sintered Ferrous Alloy Gear by Rolling 1st Report-Numerical Tooth Profile Analysis in Finish P/M Gear Rolling Process Using Screw-Shaped Tool, J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, Vol. 56, No. 6 (2009) 330-335.

11) 三浦秀士, 長田稔子, 浜本昭太, 河本浩介, 土橋伸浩, 宇波繁:鉄系焼結合金ローラの転造による面圧疲労強度の向上:第 1 報, 粉体および粉末冶金, Vol. 56, No. 6 (2009) 325-329.

12) 三浦秀士, 竹増光家, 河本浩介, 浜本昭太, 宇波繁:鉄系焼結合金歯車の転造による高精度化・高強度化-第 2 報-:修整歯形工具による鉄系焼結合金歯車の各種転造特性, 粉体および粉末冶金 Vol. 56, No. 6 (2009) 336-343.

13) 三浦秀士, 長田稔子, 周田直樹, 河本浩介, 浜本昭太, 宇波繁:鉄系焼結合金歯車の歯元曲げ疲労強度に及ぼす転造の影響, 粉体および粉末冶金, Vol. 56, No. 6 (2009) 344-349.

14) 三浦秀士, 津守不二夫, 浜本昭太, 河本浩介, 宇波繁:鉄系焼結合金ローラの転造による面圧疲労強度の向上:第 2 報, 粉体および粉末冶金, Vol. 57, No. 6 (2010) 430-434.

15) 三浦秀士, 津守不二夫, 竹増光家, 河本浩介, 浜本昭太, 宇波繁:鉄系焼結合金歯車の転造による高精度化・高強度化-第 3 報-:修整歯形工具による鉄系焼結合金歯車の歯元曲げ疲労強度向上, 粉体および粉末冶金, Vol. 57, No. 6 (2010) 435-441.

16) 荒牧正俊, 宇波繁, 中尾友紀, 古君修:Fe-Cu-C 系焼結材料の引張強さに及ぼす添加黒鉛粒径の影響, 粉体および粉末冶金, Vol. 56, No. 8 (2009) 495-501.

17) M. Satoh, H. Sakuma, T. Miyashita, H. Isako: 1989 Advances in Powder Metallurgy MPIF, Princeton, (1989)1, 339.

18) Brian James: High performance ferrous PM materials for automotive applications, Metal Powder Report, 46 (1991), Sep., 26-32.

19) 宇波繁, 古君修: Cr-Mn 系合金鋼粉焼結体の強度, 靱性に及ぼす黒鉛添加量と焼結温度の影響, 粉体および粉末冶金, Vol. 40, No. 6 (1992) 630-636.

20) 古君修, 宇波繁, 小倉邦明, 上ノ菌聡: 1%Cr 系合金鋼粉の圧縮性および焼結体強度に及ぼす Mn, Mo の影響, 鉄と鋼, Vol. 81, No.8 (1995) 833-838.

21) S. Unami and S. Uenosono: Mechanical Properties of Cr-Mo-V Sintered Steels, Proceedings of 2000 Powder Metallurgy World Congress, Japan Society of Powder and

Powder Metallurgy, Kyoto, (2001)2, 915.

22) K. Ogura, T. Abe, Y. Makiishi, S. Takajo, T. Minegishi and E. Hatsugai: Metal powder report, 43 (1988) 738.

23) U. Engström and C. Lindberg: Powders for High Performance PM-Steels, Proceedings of 1993 Powder Metallurgy World Congress, Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, Kyoto, (1993)2, 751.

24) 藤本章, 前川幸広, 菅谷好美, 芝野隆: 温間成形によるエンジン用スプロケットの開発, 粉体および粉末冶金, 51(2004) 507-514.

第2章 温間金型潤滑成形法による高密度焼結体の疲労特性

2.1 本章の目的

新規な高密度化工法として、温間成形法および帯電塗布型金型潤滑法[1, 2]を組み合わせた温間金型潤滑成形法[3, 4]を検討した。温間金型潤滑成形法は、金型に粉末潤滑剤を塗布する工程と、予め必要最少量の潤滑剤が混合された原料粉末を加熱した後、加熱金型中に充填して加圧成形を行う工程から構成される。原料粉末中に混合される潤滑剤(内部潤滑剤)は、通常成形では 0.8mass%程度必要なのに対し、温間金型潤滑成形法では、0.2mass%程度で十分成形が可能である。温間金型潤滑成形法によれば、温間成形法とほぼ同等のコストでより高い密度が実現できることから、高密度圧粉磁芯や高密度焼結部品の量産製造への適用検討が開始されている。

本章では、温間金型潤滑成形法の特徴および本法により作製した高密度焼結体の機械的特性および浸炭熱処理後の面圧疲労強度について述べる。さらに、面圧疲労時の組織変化と面圧疲労強度の関係についても考察する。

2.2 温間金型潤滑成形法の特徴

温間金型潤滑成形法の概要を Fig. 2-1 に示す。温間金型潤滑成形法は、金型に粉末潤滑剤を塗布する工程と、必要最少量の内部潤滑剤を混合した原料粉末を加熱した後、加熱金型中に充填して加圧成形を行う工程から構成される。金型に塗布する潤滑剤(金型潤滑剤)には、帯電銃内における帯電性、予熱された金型表面への付着性および金属粉末成形時における潤滑性などが要求される。金型潤滑剤の帯電方式としては、コロナ帯電法を用いることも可能であるが、凹凸形状の金型を使用した場合、凸部に帯電粉末が多量に付着するため、帯電量の少ない接触帯電方式[5]を適用した。

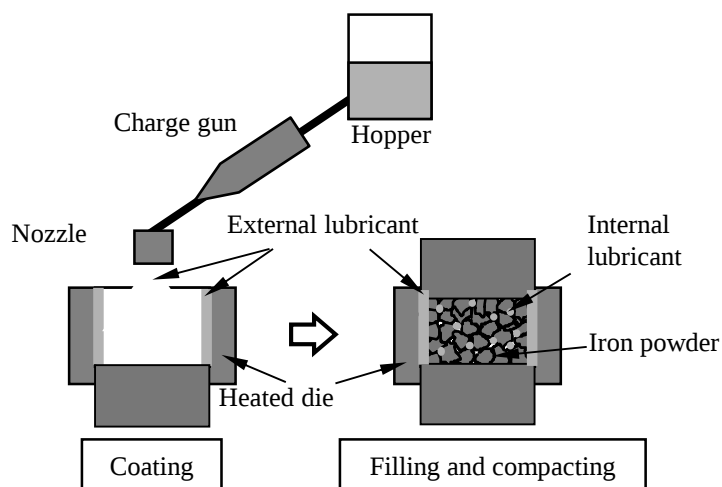


Fig. 2-1 Schematic diagram of warm compaction with die wall lubrication.

接触帯電方式を採用した潤滑剤塗布装置は、早くに米国で考案され、本装置を用いた場合、金型に潤滑剤を塗布することによって成形体を型から抜き出す際の抜出圧力の低減、成形体部品内での密度ムラの改善などの効果が確認されている[1]。しかしながら、この潤滑剤塗布装置では潤滑剤の吐出量が安定しない課題があるため、量産プロセスにおける適用例はない。金型潤滑剤の噴射量が不足した場合は、成形体と金型壁面の接触面での摩擦が過大となるため、成形体を金型から抜き出す過程において摺動面に摩耗傷が発生して成形部品の外観を損なうばかりか、金型への負荷が増大して金型の破損を招く。また、噴射量が過多になった部分は、成形体の割れ、欠けの起点となり、形状不良を引き起こす。連続成形において生産性を阻害するこれらの問題が、量産化への障壁となっていたと考えられる。

そこで、著者らは、金型潤滑剤の噴射量の変動を抑えることのできる循環型帯電潤滑剤塗布装置を、ノードソン(株)と共同で開発した[6]。模式図を Fig.2-2 に示す。本装置は、(1)高精度に定量排出できるテーブルフィーダを排出部に設置したホップ、(2)帯電銃、(3)ノズル、(4)分岐ブロック、および(5)集塵機から構成される。本装置では、潤滑剤粉末は、金型に噴射されていない場合でも、連続的にテーブルフィーダによって排出され、乾燥空気により装置内を循環している。分岐ブロックに入る乾燥空気を止めることにより、ノズルから潤滑剤が噴射される。潤滑剤を常時循環させることにより、装置内に付着する潤滑剤量が低減できる。また、未使用のまま集塵機内に回収された潤滑剤は再利用が可能である。

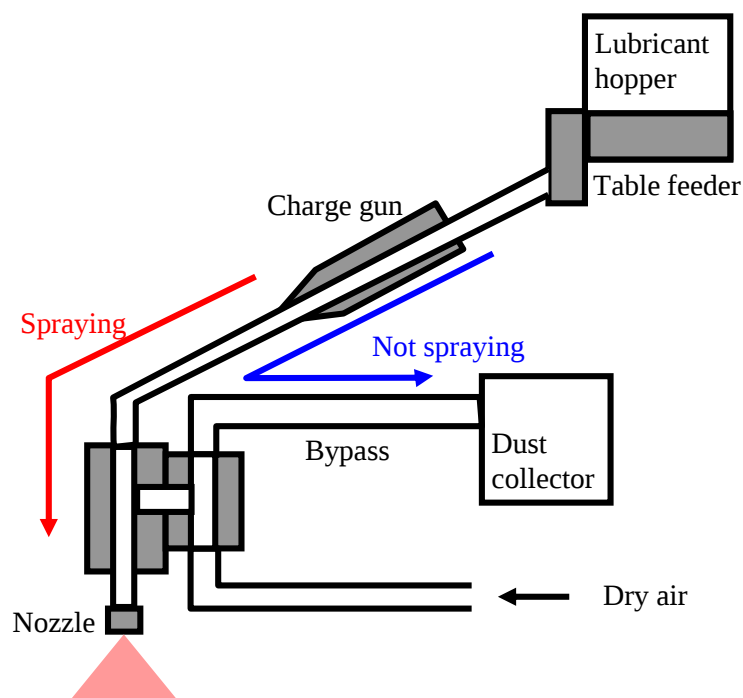


Fig. 2-2 Schematic diagram of the developed lubricant applicator.

循環型帯電潤滑剤塗布装置における噴射量のばらつきを、温間金型潤滑成形用に開発した独自金型潤滑剤[7]を用いて、従来市販されている潤滑剤塗布装置 (Gasbarre 製) と比較して評価した結果を Fig.2-3 に示す. 1 回の噴射で潤滑剤を 0.1 g 噴射する条件で、噴射量の変動幅として、10 回噴射した場合の噴射量の標準偏差を算出した. 開発した循環型帯電潤滑剤塗布装置を用いることにより、潤滑剤噴射量の変動幅を従来装置の 1/4 に低減できる. これは、テーブルフィーダにより、潤滑剤が高精度に定量排出できたこと、および潤滑剤を装置内で常時循環をさせることにより、装置内のホースなどに潤滑剤が付着する量を減らすことができたことに起因すると考えられる. 高精度に噴射された潤滑剤を適用することで、金型への付着量が安定するため、連続成形が問題なく可能である.

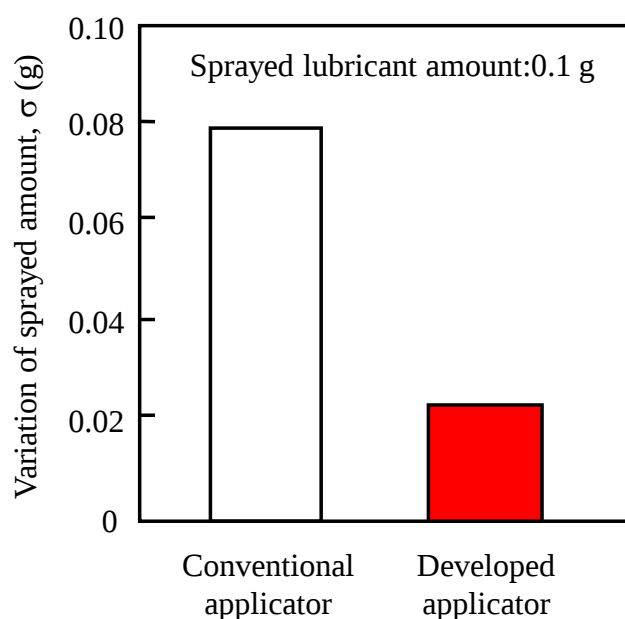


Fig. 2-3 Variation of sprayed amount of lubricant depending on ability of applicator.

2.3 実験方法

2.3.1 原料粉

ベース粉末として、Table 2-1 に示した Fe-4mass%Ni-1.5mass%Cu-0.5mass%Mo 拡散合金鋼粉、Fe-2mass%Ni-1mass%Mo 拡散合金鋼粉および Fe-1mass%Mo 拡散合金鋼粉、添加剤として黒鉛粉および内部潤滑剤から成る混合粉を供試粉とした。黒鉛粉は、日本黒鉛工業(株)製の天然黒鉛粉(J-CPB)、内部潤滑剤は、アデカ製のステアリン酸亜鉛(ZNS-730)および温間成形法用潤滑剤[8]を用いた。金型潤滑剤として温間金型潤滑成形法用粉末潤滑剤(WD2)[7]を用いた。

Table 2-1 Chemical compositions of powders used.

Symbol	Diffusion bonded (mass%)		
	Ni	Mo	Cu
4Ni-0.5Mo-1.5Cu	4.0	0.5	1.5
2Ni-1Mo	2.0	1.0	-
1Mo	-	1.0	-

2.3.2 試験片作製条件

抜出力および圧粉密度に及ぼす成形法の影響を調べる試験片には、ベース粉末として Table 2-1 に示した Fe-4mass%Ni-1.5mass%Cu-0.5mass%Mo 拡散合金鋼粉を用いて、Table 2-2 に示した 3 種類の配合組成の混合粉を作製し、成形を行った。温間金型潤滑成形法では、130℃に加熱した金型の表面に、Fig. 2-2 に示した循環型帯電潤滑剤塗布装置を用いて潤滑剤を塗布した後、予め 130℃に加熱した上記混合粉を充填し、成形を行った。常温成形法では、室温の混合粉を用い室温の金型で成形した。温間成形法では、金型潤滑を用いず、混合粉、金型ともに 130℃に加熱して成形体を作製した。いずれの成形法においても、成形圧力は 686 MPa とし、成形体の寸法を、長さ 55 mm、幅 10 mm、高さ 10 mm とした。

焼結体の機械的特性調査用試験片は、上記した温間金型潤滑成形法および常温成形法の条件により成形を実施した。成形圧力は 490, 588, 686 MPa の 3 水準とし、その後、N₂-10vol%H₂ 雰囲気中、1250℃で 60 min 保持して焼結を行った。

浸炭熱処理材の面圧疲労強度を調べる試験片は、ベース粉末として Table 2-1 に示した Fe-2mass%Ni-1mass%Mo 拡散合金鋼粉および Fe-1mass%Mo 拡散合金鋼粉を用いて、Table 2-3 に示した配合組成の混合粉および成形条件により成形を実施した。成形体の寸法は、外径 60 mm、厚さ 5 mm とした。N₂-10vol%H₂ 雰囲気中、1250℃で 60 min 保持して焼結を行った後、870℃で 60 min、カーボンポテンシャル 0.8%で浸炭、60℃の油中に焼入れ、200℃で 60 min 焼もどしを行った。

Table 2-2 Chemical compositions and compacting conditions of the studied powders for investigating the effect of compaction methods.

Powder			Compacting condition			
	Graphite	Internal lubricant	Method	Compacting temperature	Compacting temperature	External lubricant
C/C Method	0.6 mass%	Zinc stearate 0.75 mass%	CC method	Room temperature	686MPa	-
W/C Method		KW-wax* 0.6 mass%	WC method	130 °C		
W/D Method		KW-wax* 0.2 mass%	WD method	130 °C		WD2**

*Lubricant for warm compaction

**Lubricant for heated die

Table 2-3 Chemical compositions and compacting conditions of the studied powders for investigating the rolling contact fatigue properties of sintered and carburized compacts.

Symbol	Powder	Graphite (mass%)	Internal lubricant	Compacting condition			
				Method	Temperature	Pressure	External lubricant
2Ni-1Mo/CC	2Ni-1Mo	0.5	Zinc stearate 0.75 mass%	CC method	Room temperature	588 MPa	-
2Ni-1Mo/WD			KW-wax* 0.2 mass%	WD method	130 °C	686 MPa	WD2**
1Mo/WD	1Mo						

*Lubricant for warm compaction

**Lubricant for heated die

2.3.3 評価方法

抜出力は、長さ 55 mm、幅 10 mm、高さ 10 mm の成形体を型から抜き出す際の抜出荷重を成形体の側面積で割ることにより算出した。圧粉密度、焼結密度を、JIS Z 2501 に従い測定した。

引張強さを、平行部径 5 mm、長さ 15 mm に機械加工した丸棒試験片を用いて、引張速度 5 mm/min で測定した。シャルピー衝撃値を、JIS Z 2550 に準拠したノッチなしの長さ 55 mm、幅 10 mm、高さ 10 mm の試験片を用いて測定した。

面圧疲労試験を、Fig. 2-4 に示すように、外径 60 mm、厚さ 5 mm の円板型試験片を用い、1500 番で研磨した試験片表面で鋼球を転動させる 6 球式面圧疲労試験機(回転数 1000 min⁻¹)により行った。試験鋼球として直径 9.525 mm の SUJ-2 鋼球、潤滑油としてトヨタ純正モーターオイル(SJ 10W-30)を用いた。繰り返し数 10⁷ 回において剥離が生じない荷重を疲労限の負荷荷重とし、式(2-1)[9]に従い、最大接触応力(ヘルツ応力)を算出し面圧疲労強度とした。式(2-1)中に用いる焼結体のヤング率は、密度(気孔率)だけでなく、気孔形

状にも影響されることが知られている[10]が、今回の実験範囲では、組成によらず、密度に依存するものとし、式(2-1)中に用いる焼結体のヤング率は、式(2-2)[11]に従い、焼結体の密度から算出した。

$$\sigma_w = 0.62 [P/r^2 (1/E + 1/E')]^{1/3} \quad (2-1)$$

P: 試験鋼球の負荷荷重 (kN)

r: 試験鋼球の半径 (mm)

E: 試験鋼球のヤング率 (206 GPa)

E': 焼結体のヤング率 (GPa)

$$E' = -342 + 69.2 \rho \quad (2-2)$$

ρ : 焼結体の密度 (Mg/m³)

また、面圧疲労破壊時の組織変化を観察するため、ヘルツ応力 4.4 GPa を所定の繰り返し数 (1.2, 3.6 および 5.4×10^6) 負荷した後、疲労試験を中断し、試料を採取した。試料は Fig. 2-5 の位置から採取し、軌道直下の断面を 3% ナイタール溶液で腐食し、観察した。

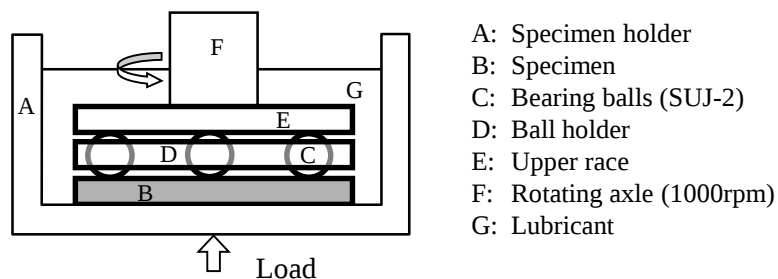


Fig. 2-4 Loaded state in thrust type rolling contact fatigue test.

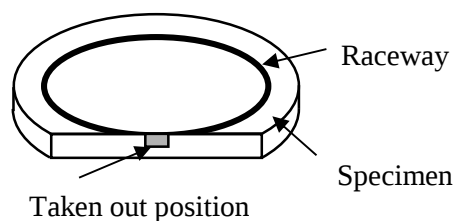


Fig. 2-5 Taken out position of the specimen for microstructural analysis.

2.4 実験結果

2.4.1 抜出力および圧粉密度

ベース粉末として Fe-4mass%Ni-1.5mass%Cu-0.5mass%Mo 拡散合金鋼粉を用い, 686 MPa の圧力で成形した場合の各成形法における抜出力および圧粉密度を Fig. 2-6 に示す. 温間金型潤滑成形法における抜出力は, 温間成形法の場合より低く, 室温成形法の場合とほぼ同等の値である. 同一成形圧力で比較すると, 温間金型潤滑成形法における圧粉密度は, 室温成形法の場合に比べ約 0.2 Mg/m^3 , 温間成形法に比べ約 0.1 Mg/m^3 向上し, 7.4 Mg/m^3 の高い値を示した. この密度向上は, 内部潤滑剤の添加量の低減および金型潤滑により金型への圧力散逸が抑制された効果によるものと考えられる. 一般に, 圧粉密度の上昇とともに径方向への鉄粉の塑性変形量が増大し, 脱型時の金型と成形体間の摩擦力(抜出力)が増大するが, 温間金型潤滑成形法では, 室温成形法, 温間成形法よりも, 高い圧粉密度が得られるにもかかわらず, 低い抜出力で成形できることが明らかとなった.

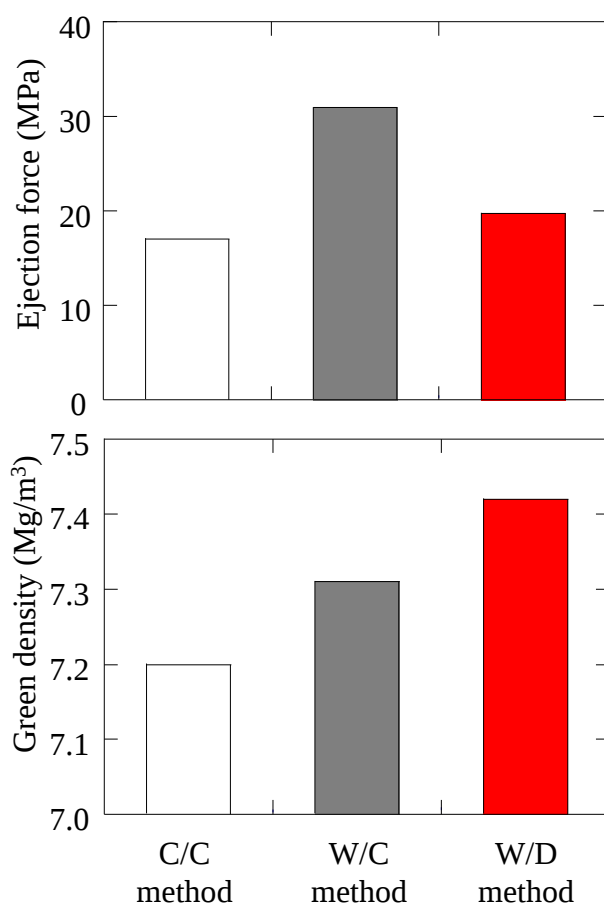


Fig. 2-6 Ejection forces and green densities of the compacts made by several compaction methods.

C/C method: Conventional compaction

W/C method: Warm compaction

W/D method: Warm compaction with die wall lubrication

2.4.2 焼結体の機械的特性

ベース粉末として Fe-4mass%Ni-1.5mass%Cu-0.5mass%Mo 拡散合金鋼粉を用いて、温間金型潤滑成形法および室温成形法により成形した焼結体の引張強さおよびシャルピー衝撃値を Fig. 2-7 に示す. 引張強さおよびシャルピー衝撃値のいずれも、焼結密度の増加と共に高くなる. 同一成形圧力で比較すると、温間金型潤滑成形法では、室温成形法に比べ焼結密度が約 0.2 Mg/m³ 高く、引張強さは 100 MPa、シャルピー衝撃値は 10 J/cm² 向上した. 686 MPa の圧力で成形した場合に 7.5 Mg/m³ の焼結密度となり、引張強さ 1000 MPa、シャルピー衝撃値 40 J/cm² という高い値が得られた.

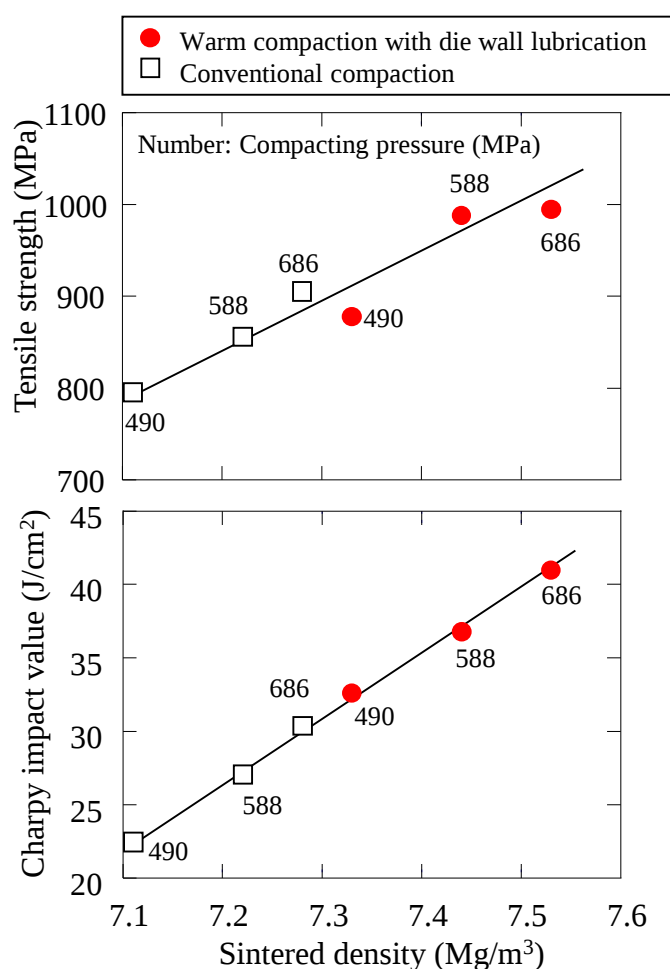


Fig. 2-7 Tensile strength and Charpy impact value of the sintered compacts by different compaction methods.

温間金型潤滑成形法によって作製した焼結体断面の気孔分布状態を **Fig. 2-8** に示す. 表層部と内部には気孔分布状態の差異は認められなかった. 金型に塗布した潤滑剤は成形体表層部に悪影響を及ぼしていないことが明らかとなった.

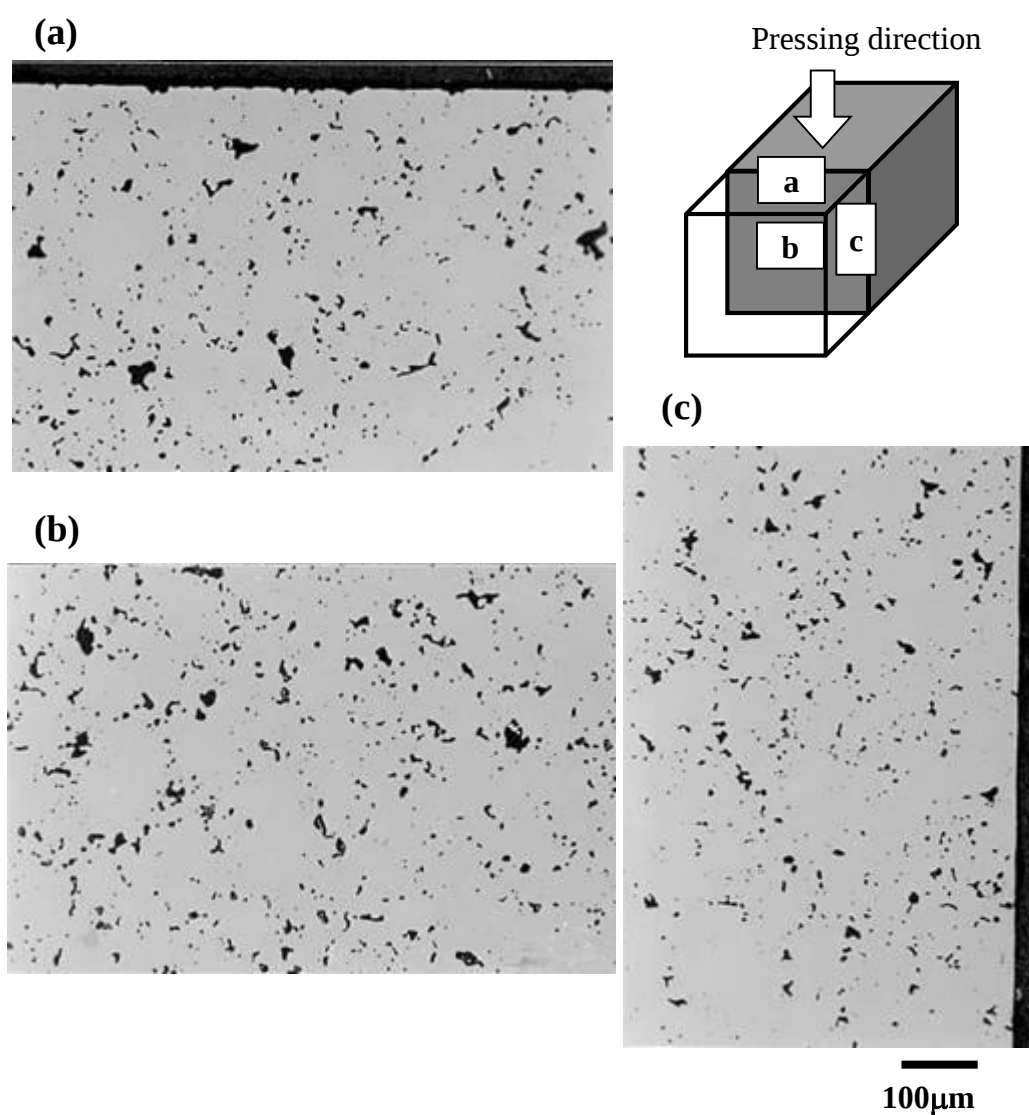


Fig. 2-8 Pore structures of sintered compact made by warm compaction with die wall lubrication.

2.4.3 焼結・浸炭熱処理材の特性

Table 2-3 に示した配合組成の混合粉を温間金型潤滑成形法および室温成形法を用いて成形した試験片の圧粉密度, さらにそれを焼結した焼結体の密度を Fig. 2-9 に示す. 温間金型潤滑成形法を用いることにより, 室温成形法に比べ, 0.2 Mg/m^3 以上高い圧粉密度が得られた. 温間金型潤滑成形法を用いた場合には, いずれの供試粉でも, 圧粉密度には差がなく, 7.4 Mg/m^3 程度の高い密度が得られた. 焼結体の密度は, いずれの供試粉の場合も圧粉密度より高くなり, 2Ni-1Mo 材のほうが 1Mo 材より高い焼結密度が得られる. これは, 鉄粉に拡散付着させている微細な Ni 粉により焼結が促進された[13]ため, 2Ni-1Mo 材の焼結時の収縮が Ni を含まない 1Mo 材より大きくなったものと考えられる.

焼結浸炭材の面圧疲労試験の結果を Fig. 2-10 に示す. 2Ni-1Mo 材において, 温間金型潤滑成形法と室温成形法を比較すると, 温間金型潤滑成形法を用いて作製した 2Ni-1Mo 材の面圧疲労強度は 4.4 GPa であり, 室温成形法を用いて作製したものより 1.0 GPa 高い値が得られた. また, 同じ温間金型潤滑成形法で作製した 2Ni-1Mo 材と 1Mo 材の面圧疲労強度を比較すると, 2Ni-1Mo 材のほうが 1Mo 材より 0.5 GPa 程高い値が得られた.

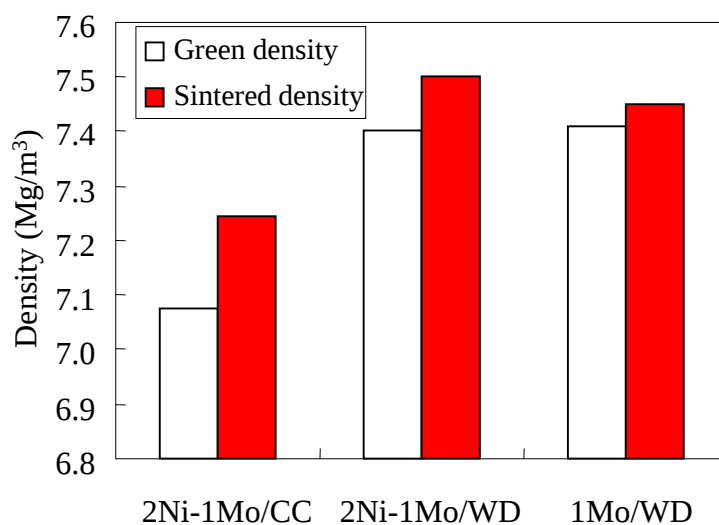


Fig. 2-9 The green and sintered densities of specimens.

CC: Conventional compaction

WD: Warm compaction with die wall lubrication

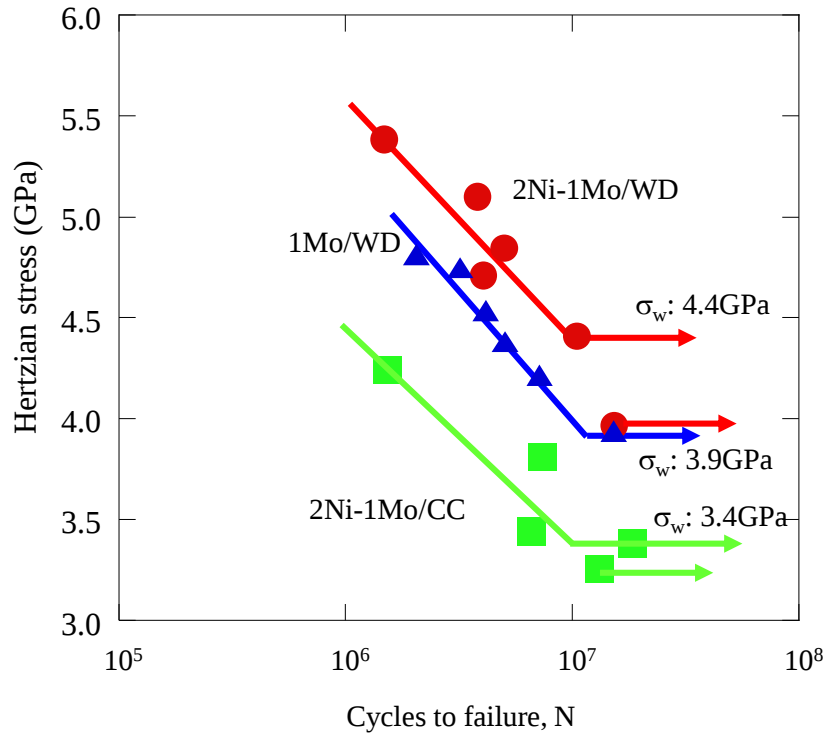


Fig. 2-10 S-N curves of rolling contact fatigue test in 2mass%Ni-1mass%Mo and 1mass%Mo sintered compacts.

2.5 考察

2.5.1 面圧疲労時の組織変化と面圧疲労強度の関係

Fig. 2-10 に示したように、温間金型潤滑成形法で作製した 2Ni-1Mo 材と 1Mo 材を比較すると、2Ni-1Mo 材のほうが 1Mo 材より高い面圧疲労強度が得られた要因について考察する。

焼結鋼の面圧疲労強度は、密度や硬度分布に影響を受けることが知られている[10, 13]. Fig. 2-9 に示したように、2Ni-1Mo 材のほうが焼結密度が 0.05 Mg/m^3 高い。小倉の報告[11]に基づき、密度増加による面圧疲労強度の上昇分を推定すると、 0.05 Mg/m^3 の密度上昇分は、 0.2 GPa の上昇分にしか相当しない。したがって、2Ni-1Mo 材の高い面圧疲労強度は、密度上昇分だけでは説明できない。また、硬度分布は、Fig. 2-11 に示すように、いずれの材料においても 550Hv 以上の硬化層深さが 1 mm 以上で、ほぼ同等であり、面圧疲労強度の差異には関係がないと考えられる。

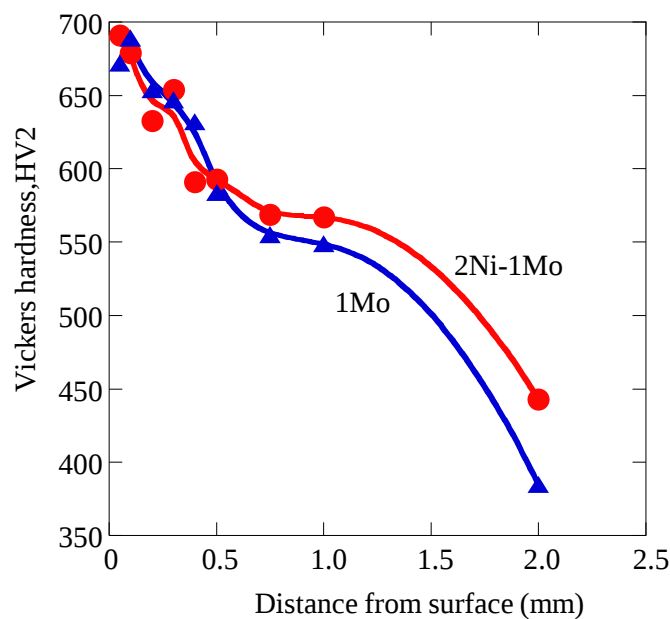


Fig. 2-11 Microhardness profiles of 2mass%Ni-1mass%Mo and 1mass%Mo sintered compacts made by warm compaction with die wall lubrication.

面圧疲労試験により生じた剥離の状況を、断面から観察した結果を Fig. 2-12 に示す。2Ni-1Mo 材、1Mo 材いずれの材料においても、剥離は幅 0.4 mm、深さ 0.1 mm 程度である。基地組織はマルテンサイト組織であるが、剥離の近傍において、矢印で示すエッチングされていない白色相が観察される。また、白色相中には微小なクラックが存在しており、これらのクラックが発達し、剥離につながったものと考えられる。

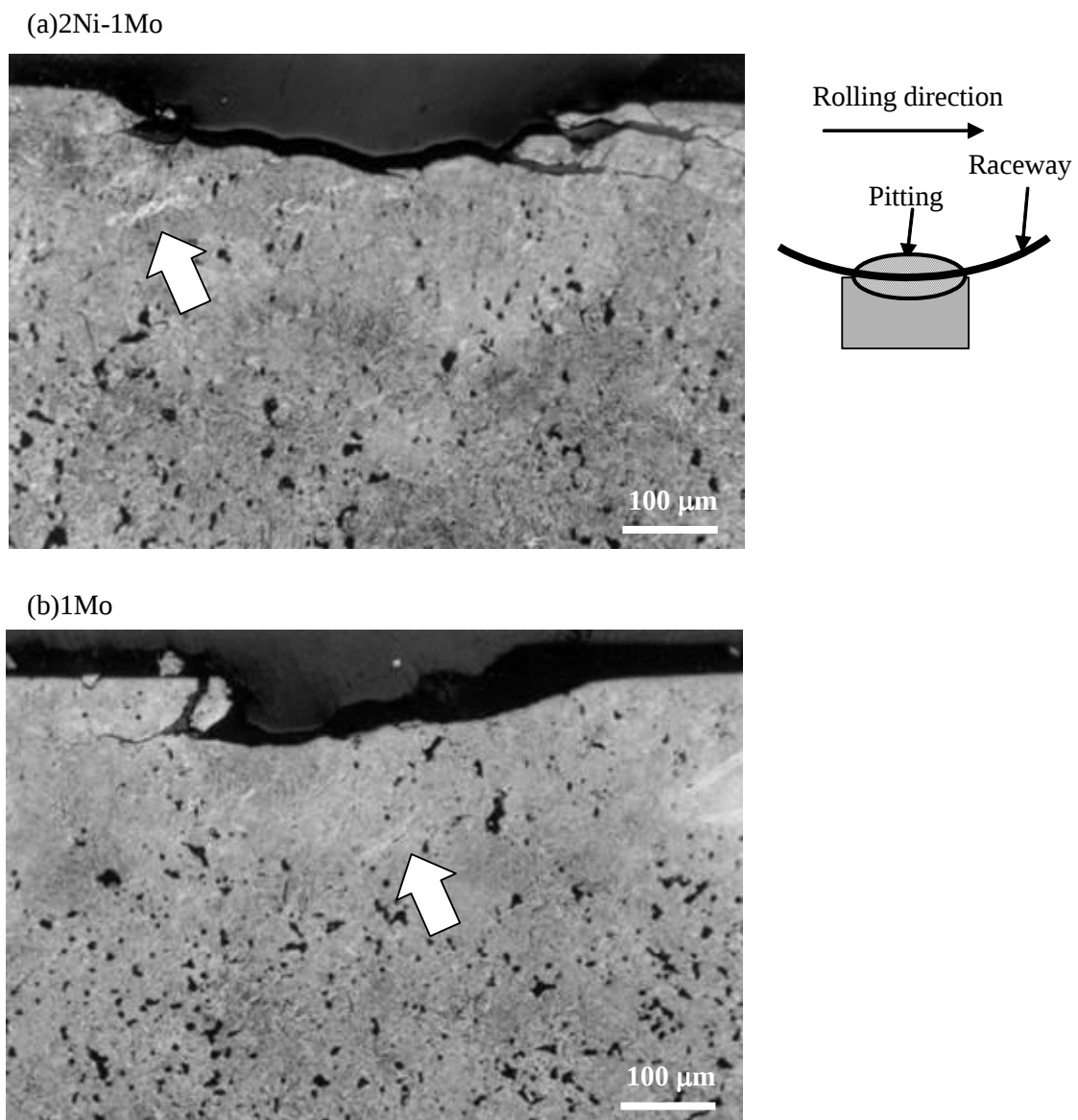


Fig.2-12 Cross-sectional microstructure of the pitting in 2mass%Ni-1mass%Mo and 1mass%Mo sintered compacts.
 (a) 2mass%Ni-1mass%Mo ($S= 4.8\text{GPa}$, $N= 5.0 \times 10^6$ cycles)
 (b) 1mass%Mo ($S= 4.7\text{GPa}$, $N= 3.2 \times 10^6$ cycles)

そこで、このような疲労面での組織変化に着目して、疲労強度との関係を考察する。溶製材では、軸受鋼、肌焼き鋼における面圧疲労の過程において、高面圧下、高繰返し数下で、特異組織が生成することが知られている。これらの特異組織は、「Dark Etching Constituent (D.E.C)」, 「White Etching Constituent (W.E.C)」, あるいは非金属介在物周辺で生成するものは「バタフライ」と呼ばれている。これらの特異組織は面圧疲労強度と密接な関係があり、種々の調査が行われている[14-17]。

2Ni-1Mo 材, 1Mo 材の焼結浸炭材では、剥離の近傍で前述の白色相の存在が確認されたので、面圧疲労時の白色相生成状態を詳しく調べることを目的に、剥離に至らない繰返し応力 ($1.2, 3.6$ および 5.4×10^6 回) を負荷した試料について、応力負荷面直下の組織を観察し比較した。

2Ni-1Mo 材, 1Mo 材の繰返し応力負荷時の組織変化を Fig. 2-13, 2-14 にそれぞれ示す。いずれの材料でも繰返し応力負荷前にはほぼ均一なマルテンサイト組織であるが、繰返し数 1.2×10^6 回において、すでに、白色相の存在が認められる。また、繰返し数が多くなるほど、白色相の数、大きさが増加している。白色相は、表面から $0.1 \sim 0.3$ mm の深さの範囲に存在し、荷重の移動方向に対し約 $30 \sim 45$ 度傾いている。また、白色相中には微小なクラックが存在しているのが確認される。同じ繰返し数では、2Ni-1Mo 材に比べ、1Mo 材では白色相の数が明らかに多い。

白色相の状態を定量化するため、表面から 0.2 mm の深さの範囲を画像解析処理して白色相の面積率を算出し、繰返し数に対してプロットした。その結果を Fig. 2-15 に示す。直線の傾き(白色相の生成速度)はほとんど同じであるが、繰返し数が同じ位置で比較すると 2Ni-1Mo 材の方が白色相の生成量は少ない。白色相が生成し始める時間(繰返し数)は、2Ni-1Mo 材のほうが遅い。軸受鋼においては、Ni には、局所すべりあるいは C 拡散を抑制し、微細結晶粒のフェライトであるホワイトバンド(白色相)の生成を抑制する効果があり、面圧疲労寿命を改善することが報告[18]されていることから、今回の高密度焼結材の 2Ni-1Mo 材においても、Ni の影響により白色相の生成が抑制されたことが高い面圧疲労強度を得ることができた一因と考えられる。

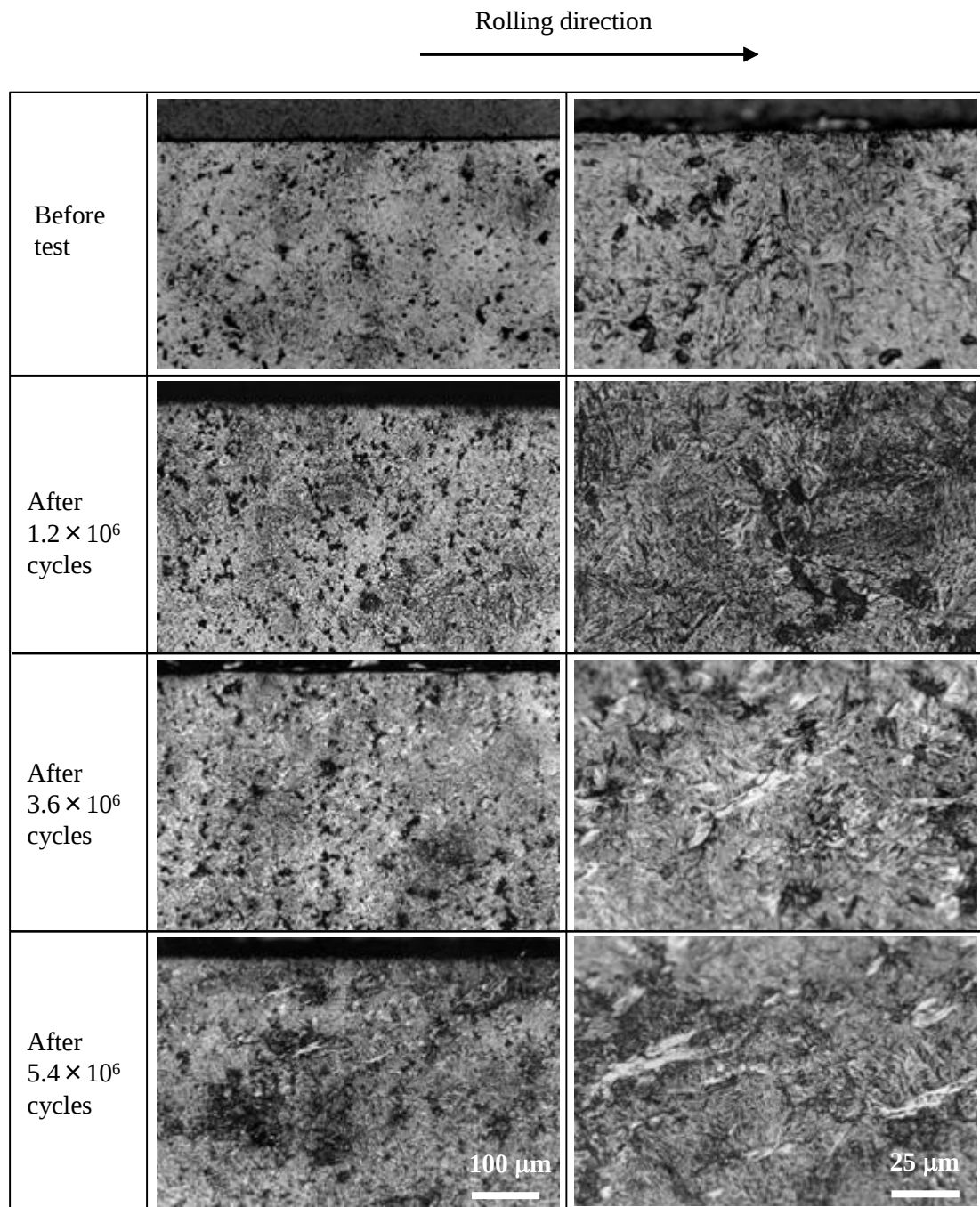


Fig.2-13 Microstructural change under rolling contact stress of 4.4 GPa in 2mass%Ni-1mass%Mo sintered compacts.

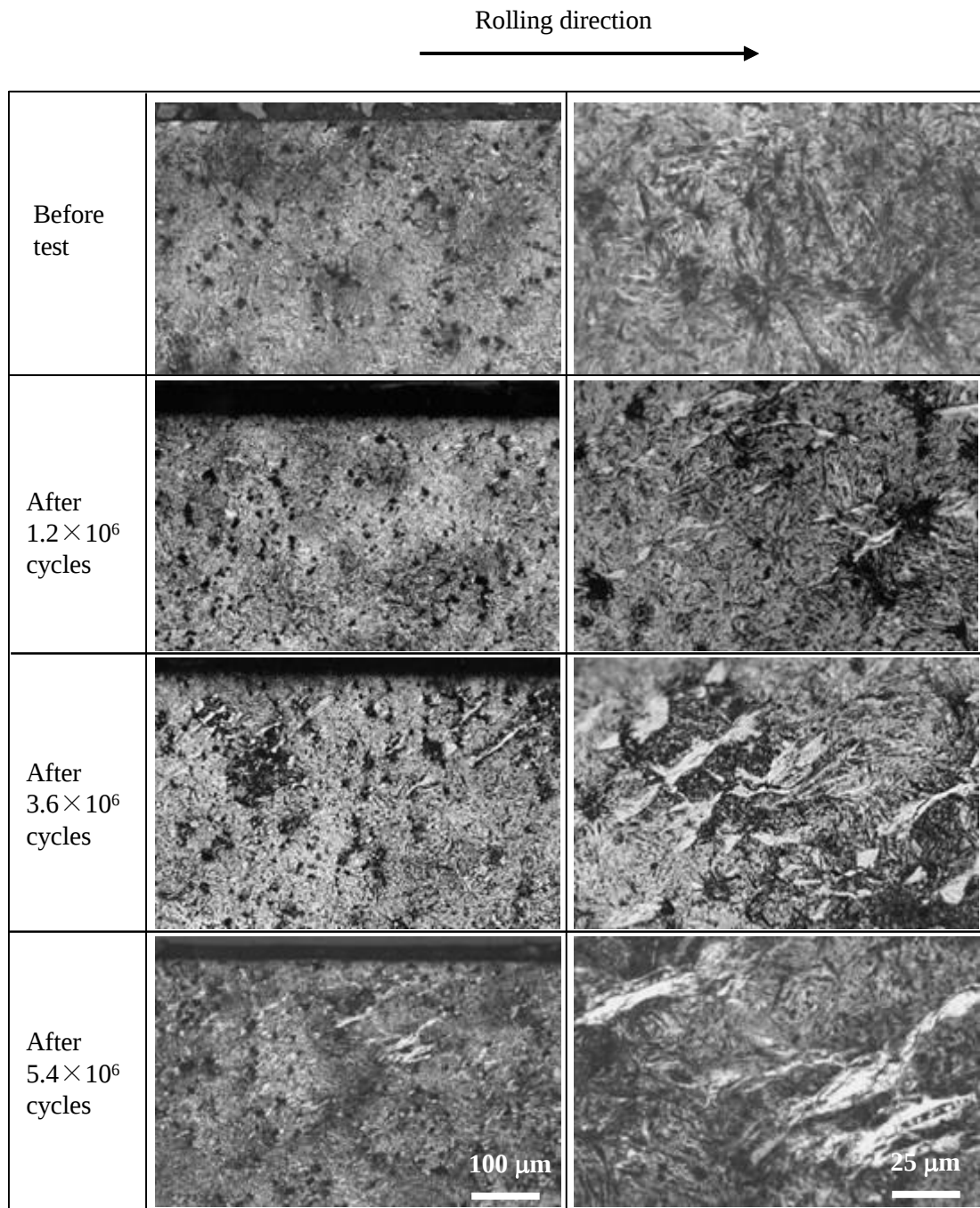


Fig.2-14 Microstructural change under rolling contact stress of 4.4 GPa in 1mass%Mo sintered compacts.

2.5.2 白色相の微細組織

白色相は、表面から 0.1~0.3 mm の深さの範囲に、荷重の移動方向に対し、約 30~45 度傾いて、存在している。

軸受鋼では、面圧疲労時には、応力負荷面と 45 度の方向に作用するせん断応力 τ_{st} と応力負荷面と平行に作用するせん断応力 τ_{zy} が存在し、式(2-3)によって示される鋼球を平板に押し付けた場合の接触域の半径 a を用いると、 τ_{st} は表面から $0.786a$ 、 τ_{zy} は表面から $0.5a$ の位置で最大となることが知られている[10]。本実験では、それぞれ 0.25 mm、0.16 mm となる。白色相が生成している領域は 0.1~0.3 mm であり、両せん断応力が最大となる位置を中心に分布している。また、実際に白色相の生成する角度は 30~45 度の範囲内であり、両方のせん断応力が作用する角度の範囲に分布している。以上の結果から、本実験では、軸受鋼と同様にせん断応力が白色相の生成に関与していると言える。

$$a=0.88[Pr(1/E+1/E')]^{1/3} \quad (2-3)$$

a : 鋼球を平板に押し付けた場合の接触域の半径(mm)

P : 試験鋼球の負荷荷重

r : 試験鋼球の半径(mm)

E : 試験鋼球のヤング率 (206 GPa)

E' : 焼結体のヤング率 (GPa)

白色相の微細組織について SEM で観察した結果を Fig. 2-16 に示す。(a)に示す繰返し応力を受けていない組織では、焼もどしマルテンサイト組織の特徴である針状組織と微細な析出物(炭化物)が観察される。この微細な析出物は、焼もどし時に生成する ϵ 炭化物と考えられる[19]。白色相は、バタフライ形状のもの(b)とディスク形状のもの(c)が観察される。どちらも白色相内に微小なクラックが存在する。バタフライ形状のものは、空孔のエッジ部から両側に生成しており、軸受鋼の介在物の周りに生成するバタフライと同様の形状である。白色相内には、繰返し応力を受けていないマルテンサイト組織には認められる針状組織および炭化物が認められない。白色相の周囲の組織は、繰返し応力を受けていないマルテンサイト組織とほとんど変わらない。越智らの報告[17]では、軸受鋼、浸炭鋼の疲労過程では、せん断歪みの集中とそれに伴う発熱により、擬似パーライト組織である筋状組織が生成し、次に炭素が拡散してフェライト相が発達し白色相に変化するとされている。本実験の焼結浸炭鋼に生成した白色相内にも内部に炭化物が認められないことから、高密度焼結浸炭鋼に高面圧荷重が繰返し負荷されたことにより、軸受鋼と同様のフェライトが生成したものと推定される。

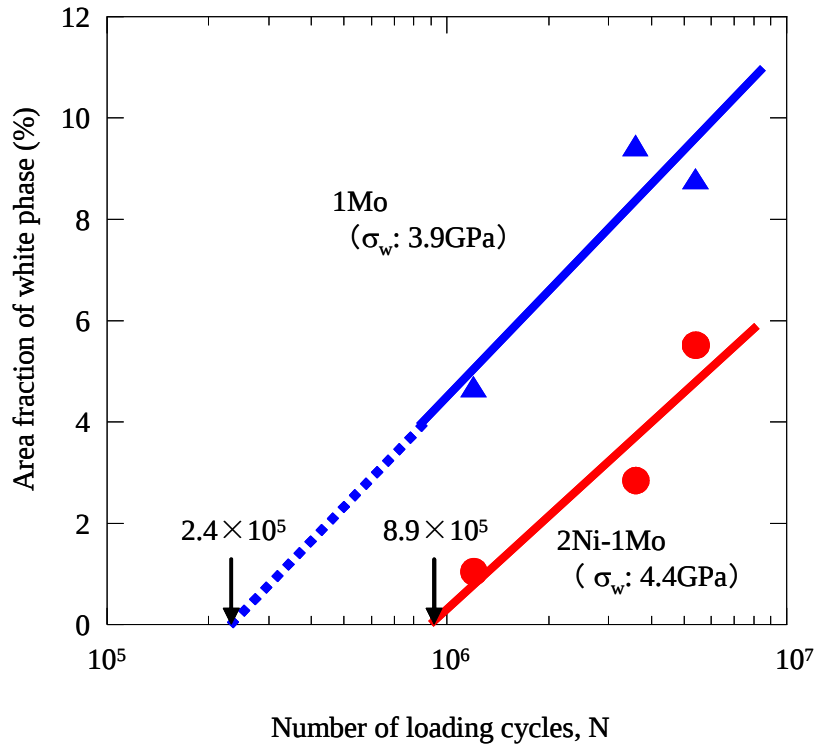
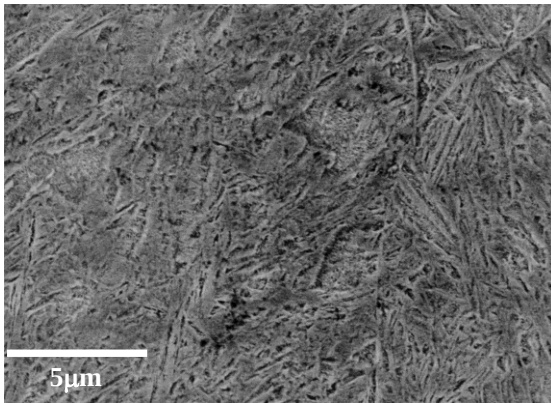
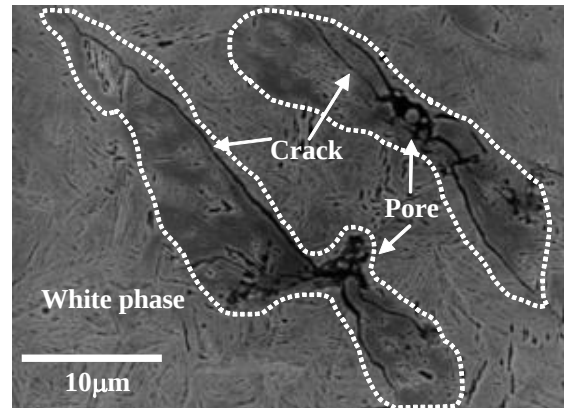


Fig. 2-15 Relations between number of loading cycles and area fraction of white phase at the depth of 0.2 mm from the rolling surface in 2mass%Ni-1mass%Mo and 1mass%Mo sintered compacts.

(a) Martensite before testing



(b) White phase (Butterfly shape)



(c) White phase (Disc shape)

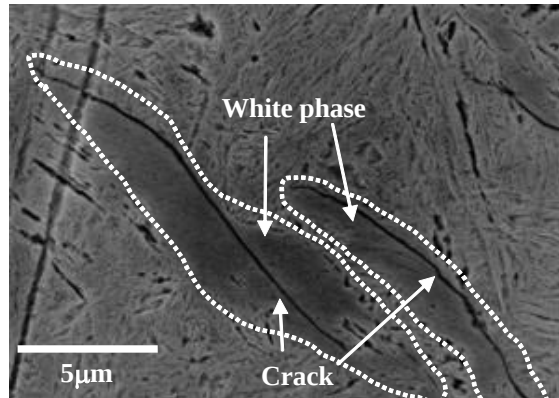


Fig. 2-16 SEM pictures of martensite and white phases in 2mass%Ni-1mass%Mo sintered compacts.

2.6 結言

潤滑剤添加量を低減した混合粉を用いることにより、高密度化が可能な温間金型潤滑成形法を開発し、温間金型潤滑成形法により作製した高密度焼結体の密度、機械的特性を調べ、以下の結果を得た。

(1) 潤滑剤噴射量の変動を抑えた循環型金型潤滑剤塗布装置を開発することにより、潤滑剤の噴射量の変動を従来装置の 1/4 まで低減することができた。

(2) Fe-4mass%Ni-1.5mass%Cu-0.5mass%Mo 拡散合金鋼粉を原料粉とし、内部潤滑剤量を 0.2mass%まで低減した混合粉を用いて温間金型潤滑成形した場合、常温成形法の場合に比べ約 0.2 Mg/m³ 向上し、成形圧力 686 MPa で 7.4 Mg/m³ の高い圧粉密度が得られた。

(3) Fe-2mass%Ni-1mass%Mo 拡散合金鋼粉を原料粉とした内部潤滑剤量を 0.2mass%まで低減した混合粉では、温間金型潤滑成形法による圧粉密度 7.4 Mg/m³、さらに焼結浸炭熱処理後では、焼結密度 7.5 Mg/m³、面圧疲労強度 4.4 GPa という優れた特性が得られた。この高い面圧疲労強度は、7.5 Mg/m³ という高い密度が主要因であるが、面圧疲労過程における特異組織(白色相)の生成を抑制したことも一つの要因と考えられる。

参考文献

- 1) W. G. Ball, P. F. Hibner, F. W. Hinger, J. E. Peterson and R. R. Phillips: New Die Wall Lubrication System, Int. J. Powder Metallurgy, Vol.33, No.1, (1997) 23-32.
- 2) Gasbarre, G. P. Jr.: Die Wall Lubrication System, Consistency and Reliability, Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, 2001-06. Part 3, (2001) 38-46.
- 3) S. Unami and S. Uenosono: Effect of Retained Austenite Amounts on the Fatigue Strength of Sintered and Bright-Quenched Steel Compacts with a Density of 7.5 Mg/m³, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, MPIF, Part 7, (2003) 288-298.
- 4) S. Unami and S. Uenosono: Microstructural Change during a Rolling Contact Fatigue Process in High Density Sintered Steels, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, MPIF, Part 10, (2004) 254-265.
- 5) T. Watanabe: Tribomatic Powder Coating System, Journal of Japan Coating Technology Association, 29 (1994) 176-192.
- 6) S. Unami, S. Uenosono, T. Watanabe and S. Kasahara: Published unexamined patent application 2002-327204. 2002-11-15.
- 7) 宇波繁, 尾崎由紀子, 上ノ菌聡: 高密度自動車焼結部品用鋼粉—疲労特性に優れた高密度焼結体 that 得られる鋼粉およびその成形法—, JFE 技報, No. 4 (2004) 70-76.
- 8) Y. Ozaki, S. Unami and S. Uenosono, Pre-mixed Partially Alloyed Iron Powder for Warm Compaction: KIP Clean Mix HW Series, KAWASAKI STEEL TECHNICAL REPORT, 47 (2002) 48-54.

- 9) 曾田範宗:軸受, 岩波書店, (1964)
- 10) 三浦秀士:気孔球状化处理を施した焼結鉄のヤング率測定による気孔形状の評価, 粉体および粉末冶金, Vol.33, No.1 (1986)15-21.
- 11) K. Ogura, S. Takajo, Y. Maeda, J. Katsuki and K. Sakurada, Densification of Sintered Compacts Made from Alloyed Steel Powder by Repressing and Their Properties, Kawasaki Steel Technical Report, 21 (1989) 250-254.
- 12) 花立有功, 真島一彦, 三谷裕康: Fe-Ni-C3 元系混合圧粉体の焼結特性, 粉体および粉末冶金, Vol.25, No.4, (1978) 116-121.
- 13) G. Hoffmann: Effect of Pores and Porosity on Rolling Contact Fatigue of Sinter Hardened P/M Steel, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, LasVegas, MPIF, part 7, (2003) 299-313.
- 14) A. J. Gentile, E. F. Jordan and D. Martin: Phase Transformations in High-Carbon, High-Hardness Steels under Contact Loads, Trans. TMS-AIME, vol.233, June (1965) 1085-1093.
- 15) H. Swahn, P. C. Becccker and O. Vingsbo: Martensite Decay during Rolling Contact Fatigue in Ball Bearings, Metallurgical Transactions A, vol.7A, (1976) 1099-1110.
- 16) 室賀啓, 坂公恭:転動疲労により生成した白色異常組織, 鉄と鋼, Vol. 84, No. 5 (1998) 351-356.
- 17) 越智達朗, 大木光一, 蟹澤秀雄, 草野祥昌:軸受用鋼の転動疲労過程での組織, 材質変化挙動, 新日鉄技報, 370(1999) 20-26.
- 18) 木南俊哉, 紅林豊: 軸受鋼の転動疲労特性に及ぼす Ni 添加の影響, 電気製鋼, Vo.73, No.1, (2002) 23-28.
- 19) 須藤一, 田村今男, 西澤泰二: 金属組織学, 丸善, (1972) 187.

第3章 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の開発

3.1 本章の目的

2章で述べた温間金型潤滑成形法を用いた圧粉体の高密度化に加え、さらに、焼結性向上による気孔の微細化を図るため、比較的低温の焼結温度であるメッシュベルト炉の焼結でも、焼結時に気孔が微細化し、高面圧疲労強度が得られる低合金鋼粉の開発についても検討した。Mo 系プレアロイ鋼粉表面に Mo を拡散付着させたハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を開発し、その最適組成、焼結体特性向上機構を検討した。

本章では、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の設計思想、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用い、温間金型潤滑成形法を適用した高密度焼結体の焼結体特性向上機構について述べる。

3.2 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の設計思想

鉄系焼結材料用の原料粉に添加する代表的合金元素の一つである Mo は、その他の添加元素として用いられる Cr や Mn 等と比べ酸素との親和力が低いいため、原料粉の製造工程（アトマイズ、還元焼鈍）および焼結部品の製造工程（焼結、熱処理）において酸化しにくく、また焼入れ性倍数が大きいという利点により、従来から多くの焼結部品用原料粉に適用されてきた[1-4]。一方、Fig. 3-1 の Fe-Mo 二元系状態図[5]に示すように、Mo は α -Fe 相生成元素であり、鉄に約 2.9mass% (約 1.7at%) 以上含有させると、焼結温度の 1130°C 程度でも α 相が生成する。鉄の自己拡散係数[6]を Fig. 3-2 に示すように、 α -Fe 相は γ -Fe 相より 100 倍程度拡散係数が大きい。

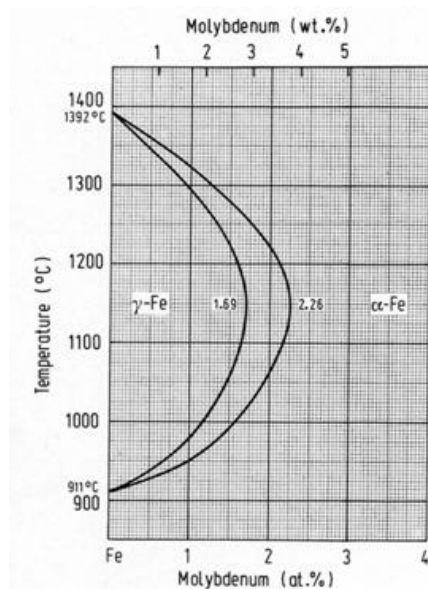


Fig. 3-1 Phase diagram of Fe-Mo.

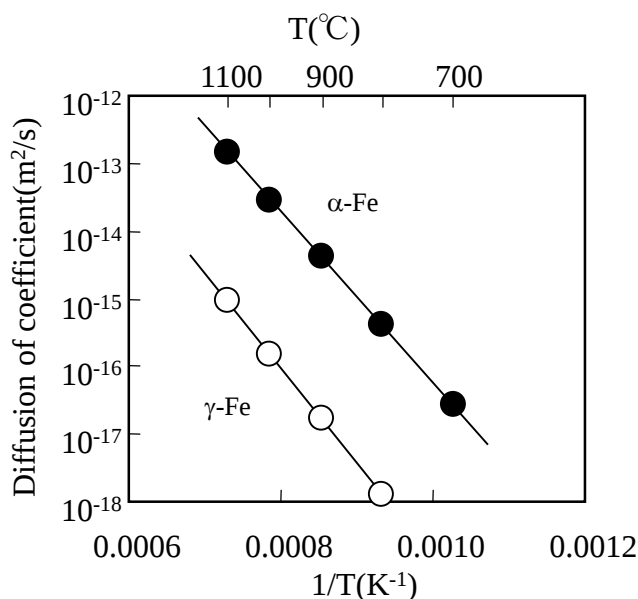


Fig. 3-2 Self-diffusion of coefficient of iron.

このことから, Mo を含有させた α -Fe 相の効果により, 焼結拡散が促進することが報告されている[7-9]. 例えば, Fe-3.5mass%Mo プレアロイ粉では, Fe-1.5mass%Mo プレアロイ粉に比べ, 1100~1200℃でも焼結が促進すると報告されている[7]. ただし, プレアロイ型合金鋼粉で α -Fe 相を生成するほどの多量の Mo を含有させると, 固溶硬化により合金鋼粉粒子の塑性変形能が低下するため, 圧粉密度が低下し, 最終的な焼結体の高密度化が困難となり, 疲労強度の大幅な向上は望めない. 一方, 著者らの研究[9]によると, 純鉄粉に Fe-60mass%Mo 微粉を添加した系では, Fig. 3-3 に示すように, Mo が 2mass%以上の高濃度になると, 焼結密度が著しく上昇する. ただし, このように純鉄粉と Mo 含有粉末を混合した系では, 焼結温度が十分高くないと焼結時の純鉄粉粒子中への Mo の拡散が不十分になるため, Mo 含有粉末の領域が Mo 高濃度部となり, かつ, 粗大な純鉄粉粒子の中心部が焼結後に Mo の低濃度の領域となってしまう. このような Mo の不均一性に起因する高硬度と低硬度の組織が混在する不均一組織は, 疲労強度向上の阻害要因となることが懸念される.

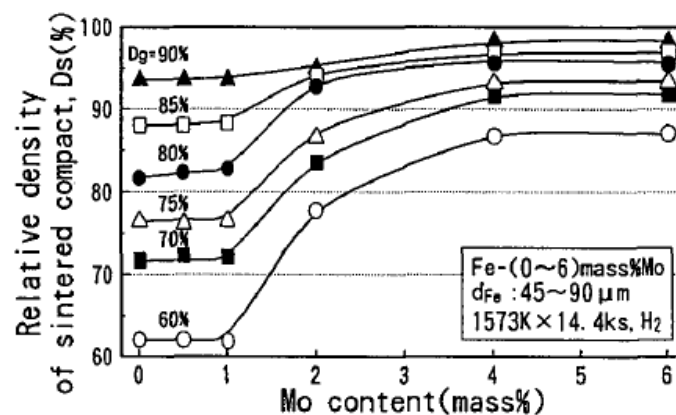


Fig. 3-3 Effect of Mo content as a function of green density on sintered density of Fe-Mo sintered compacts.

そこで, プレアロイ型合金鋼粉中に固溶させる Mo 濃度を低減することで, 固溶硬化による圧粉密度の低下を防止するとともに, 焼結拡散の場となるプレアロイ粉粒子の表面に, 高温で α 相を形成するような Mo 高濃度部を配して, 効率的に焼結促進を図るという考え方で, Mo 系プレアロイ鋼粉表面に Mo を拡散付着させた高疲労強度焼結部品用ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉[10]を開発した. ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の粒子構造模式図を Fig. 3-4 に, Mo の濃度分布を Fig. 3-5 に示す. ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉は, プレアロイ鋼粉表面に, Mo の高濃度部を配した, プレアロイと拡散合金を組み合わせたハイブリッド型の合金化方法を利用した鋼粉である.

ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉 (0.6mass%Mo プレアロイ+0.2mass%Mo 拡散付着) および Fe-0.6mass%Mo プレアロイ鋼粉を用いて作製した成形体の 900℃における X 線回折結果を

Fig. 3-6 に示す. プレアロイ鋼粉は γ -Fe 単相であるのに対し, ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉では γ -Fe 相と α -Fe 相が検出される. したがって, ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の粒子表面の Mo 高濃度部は, 高温でも α -Fe 相として存在するものと考えられる.

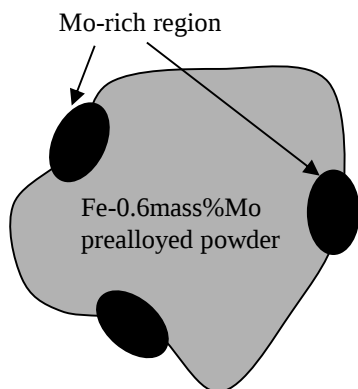


Fig. 3-4 Schematic illustration of particle structure of the molybdenum hybrid-alloyed steel powder.

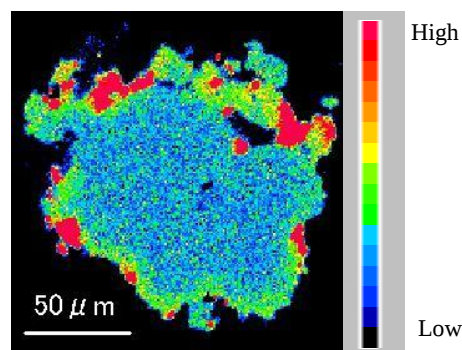


Fig. 3-5 Mo content distribution of the molybdenum hybrid-alloyed steel powder.

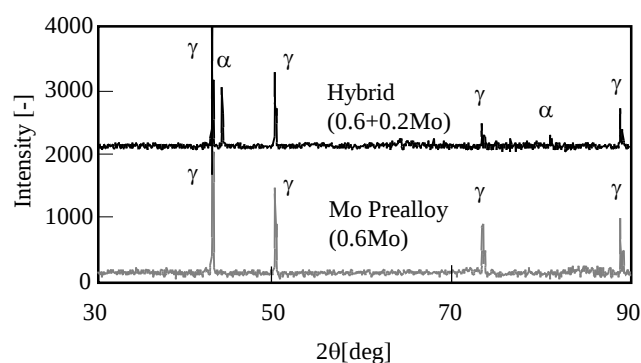


Fig. 3-6 Results of high temperature X-ray diffraction (900°C) of the green compacts made of the hybrid-alloyed and the prealloyed steel powders.

開発目標としては, 自動車エンジンのサイレントチェーン sprocket に使用されていた 1.5mass%Mo プレアロイ合金鋼粉に 2mass%Ni を拡散付着させたハイブリッド型合金鋼粉の高温焼結 (1190°C)・浸炭熱処理材を対象に, 1130°C のメッシュベルト炉の焼結+浸炭熱処理でも, 同等以上の面圧疲労強度 (3.4GPa 以上) を達成することとした.

3.3 実験方法

3.3.1 原料粉

Table 3-1 に示すように, Fe-Mo-Mn プレアロイ鋼粉の表面に 0.2, 0.6mass%の Mo を付着させたハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉, 添加剤として, 天然黒鉛粉(日本黒鉛工業㈱製, 平均粒径 4 μ m)および温間成形用内部潤滑剤の混合粉を供試粉とした. 金型潤滑剤として温間金型潤滑成形法用粉末潤滑剤を用いた.

Table 3-1 Compositions of powders used.

Symbol	Total Mo (mass%)	Prealloy(mass%)		Diffusion bonded (mass%)
		Mo	Mn	Mo
0.6Mo	0.6	0.6	0.2	0
0.8Mo	0.8	0.8	0.2	0
0.6+0.2Mo	0.8	0.6	0.2	0.2
0.6+0.6Mo	1.2	0.6	0.2	0.6

3.3.2 試験片作製条件

0.5mass%の黒鉛粉と, 0.2mass%の温間成形用内部潤滑剤を添加し, 黒鉛偏析防止処理を行ないつつ混合した. これらの混合粉に温間金型潤滑成形法を適用し高密度成形した. 130℃に加熱した金型の表面に, 第2章で述べた循環型帯電潤滑剤塗布装置を用いて, 金型潤滑剤を塗布した後, 予め 130℃に加熱した上記混合粉を充填し, 成形を行った. 成形圧力は 686 MPa とした. これらの成形体を 1130℃, 20 min, 吸熱型ガスで焼結した. その後, 浸炭熱処理(浸炭:870℃, 60 min, カーボンポテンシャル 0.8%, 焼入れ:60℃油中, 焼もどし:200℃, 60 min)を行った.

3.3.3 評価方法

面圧疲労試験は, 焼結・浸炭熱処理材を用い, 2.4.1(3)章と同様の方法で評価した. 気孔分布は, 研磨断面においてエッチングしない状態での写真を用い, 画像解析(使用アプリケーション:ImageJ)により, 気孔径(円相当径)の分布を算出した. Mo 濃度分布は, EPMA によるマッピングを行い, このマッピング像を基に算出した. ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結挙動を調べるため, 焼結時の寸法変化挙動を調べた. 試料は, Table 3-1 の合金鋼粉を用い, 成形圧力は 686 MPa で, 35×10×4 mm の抗折試験片を成形した. これらの成形体を, 接触型熱膨張測定装置を用い, 1130℃, 20 min, 吸熱型ガスの条件で, 寸法変化挙動を調べた. また, 昇温中の焼結状態を調べるため, 800℃×0min, 1000℃×0 min, 1130℃×20 min の3条件で加熱した後, 急冷し, 引張試験と組織観察を行った.

3.4 実験結果

Mo 系合金鋼粉を温間金型潤滑成形し、焼結・浸炭熱処理を行った高密度材の面圧疲労試験結果を Fig. 3-7 に示す。また、面圧疲労強度に及ぼすトータル Mo 量の影響を Fig. 3-8 に示す。拡散付着 Mo 量が 0.2mass% のときに、プレアロイ鋼粉に比べ面圧疲労強度が著しく向上し、3.9 GPa の耐久限度が得られ、開発目標の 3.4 GPa 以上を達成した。Mo を 0.6mass% 付着させたときは、0.2mass% 付着と比べると、面圧疲労強度はわずかに低下した。拡散付着 Mo 量が 0.2mass% の材料は、トータル Mo 量が同等の 0.8mass% プレアロイ鋼粉と比べても、面圧疲労強度が高くなっており、単純に Mo が 0.2mass% 増えた効果ではなく、Mo を拡散付着させることによって、疲労強度の向上効果が得られていることも分かった。

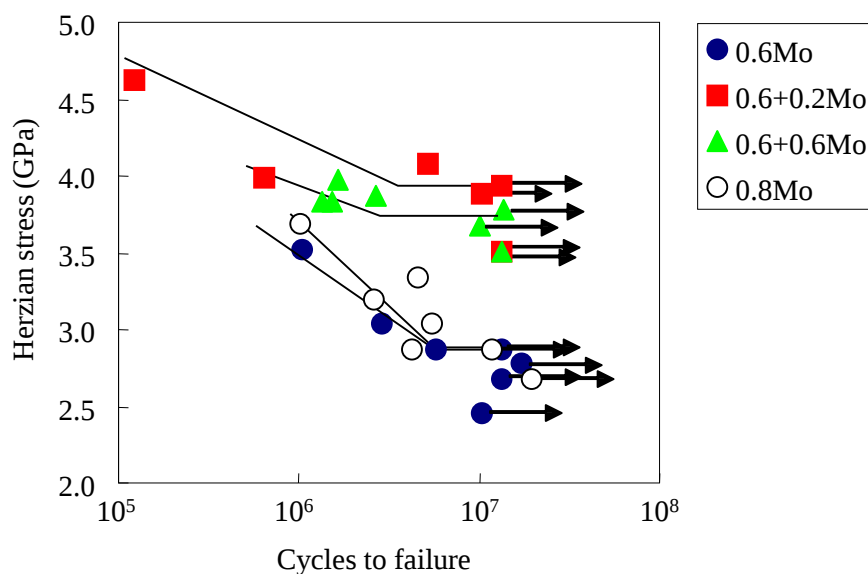


Fig. 3-7 Rolling contact fatigue test results.

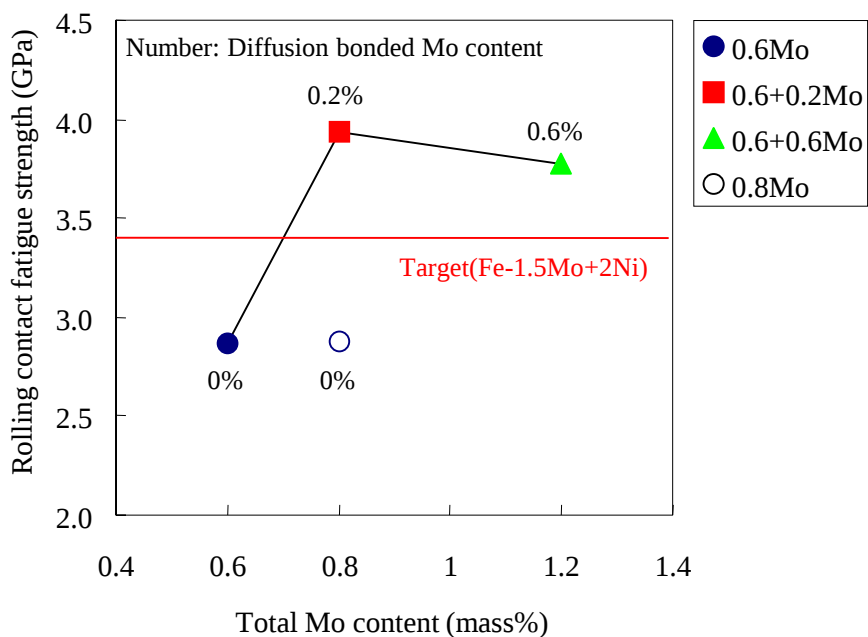


Fig. 3-8 Effect of molybdenum content on rolling contact fatigue strength.

焼結・浸炭熱処理材の気孔形態を Fig. 3-9 に示す。また、これらの写真の画像解析により、気孔の円相当径の分布を求めた結果を Fig. 3-10 に示す。ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉のほうで粗い気孔が少なく、微細な気孔が多くなり、全体的に気孔が微細化しているのがわかる。拡散付着 Mo 量が 0.2mass%と 0.6mass%を比較すると、ほとんど変わらない気孔分布となっている。

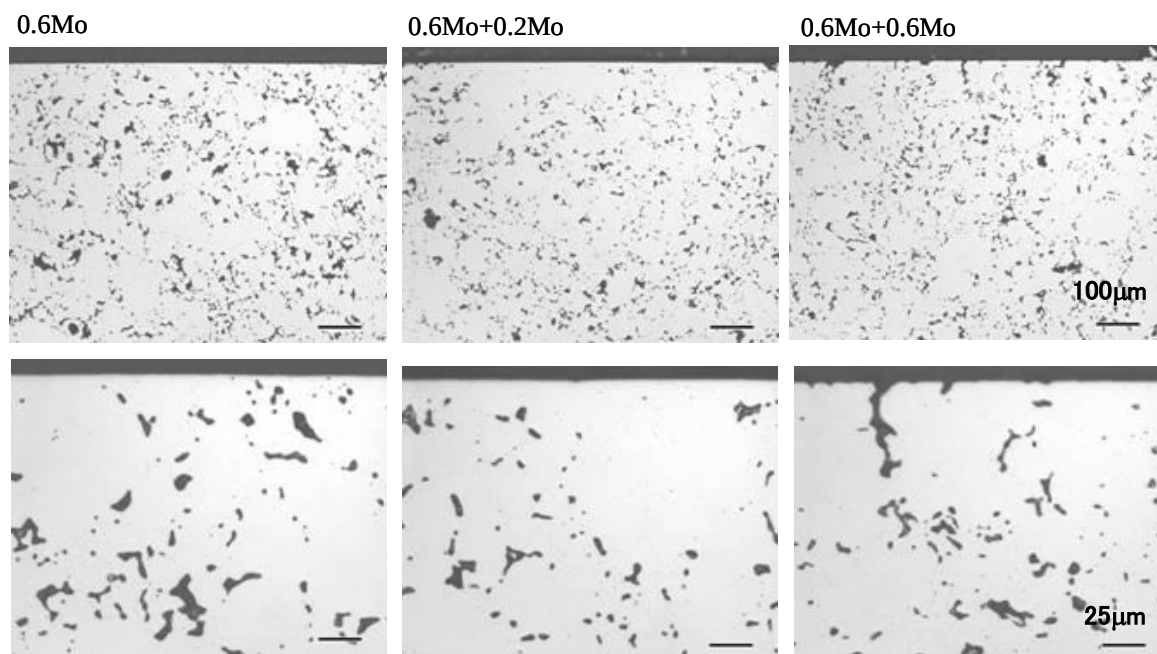


Fig. 3-9 Pore structures of sintered and case-hardened compacts.

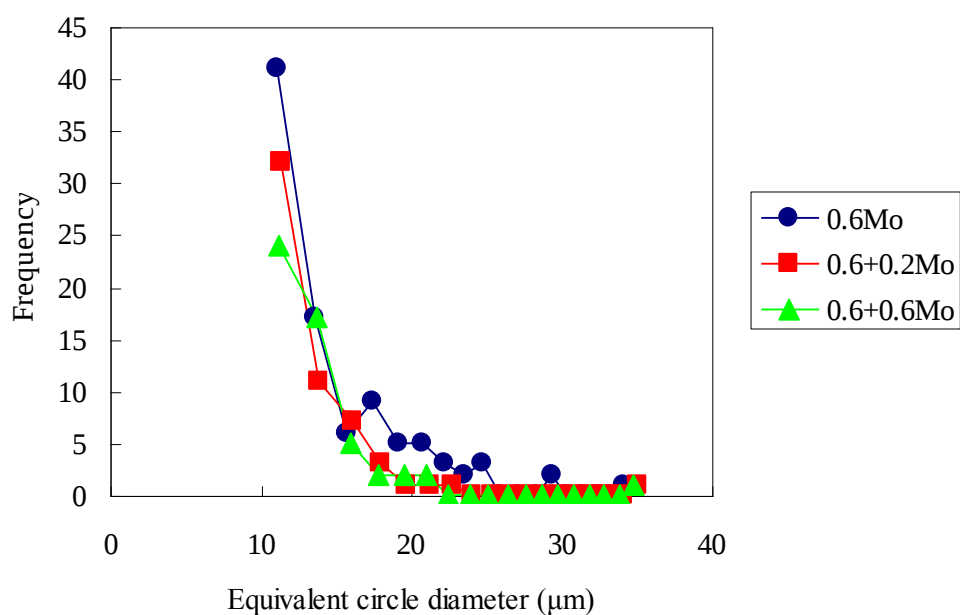


Fig. 3-10 Equivalent circle diameter of the pores existing in the sintered compacts made of the hybrid-alloyed and the prealloyed steel powders.

焼結・浸炭熱処理材の Mo 濃度分布を EPMA で測定したマッピング像を Fig. 3-11, 定量化した結果を Fig. 3-12 に示す. 焼結によって, ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉表面の Mo 高濃度部は, 均一には拡散しておらず, Mo の濃化部が気孔の周囲に残存している. 拡散付着 Mo が多くなるほど, Mo 濃化部の Mo の濃度が高まり, Mo の不均一性が増している. 気孔周囲の Mo の濃化は, 気孔周囲の強化につながるため, 疲労き裂の発生および伝播の抑制に効果があると考えられる.

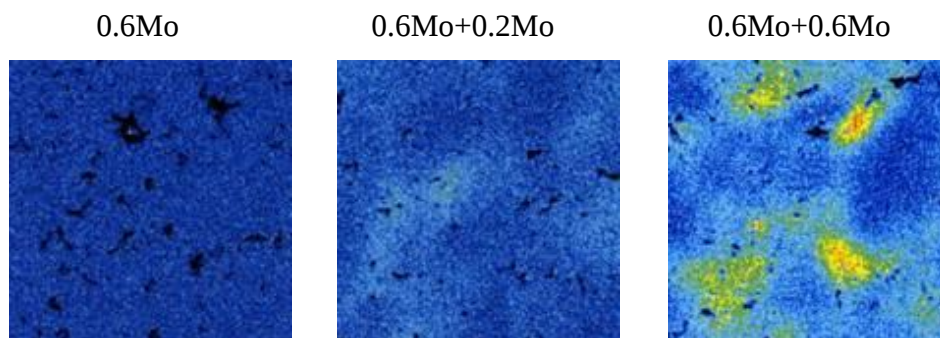


Fig. 3-11 Mo content mapping of sintered and case-hardened compacts.

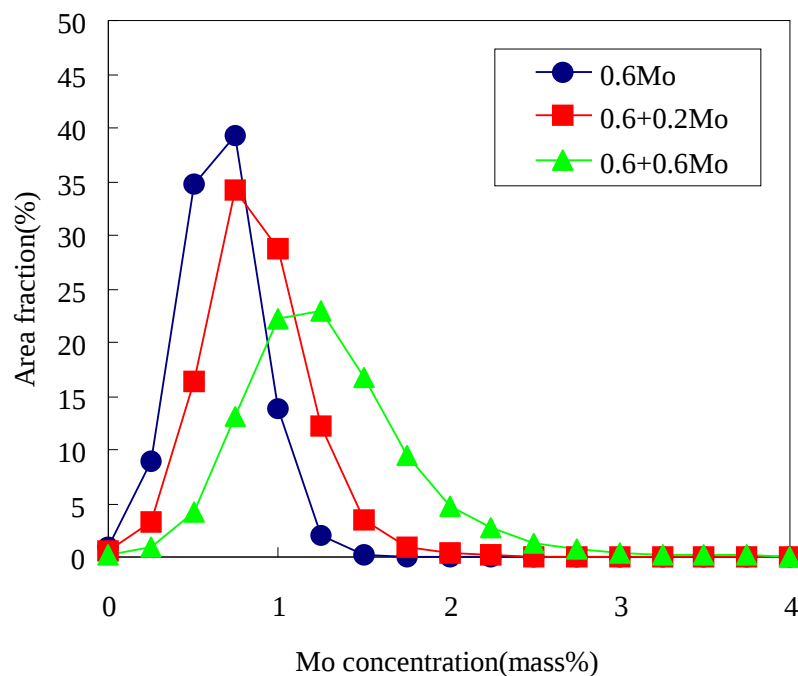


Fig.3-12 Mo content distribution in the sintered compacts made of the hybrid-alloyed and the prealloyed steel powders.

3.5 考察

3.5.1 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結挙動

ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結挙動を調べるため、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉および Fe-0.6mass%Mo プレアロイ鋼粉を用いて作製した成形体の焼結時(1130℃, 20 min, RX ガス雰囲気)の寸法変化挙動を接触型熱膨張測定装置で測定した結果を Fig. 3-13 に示す。(a)は昇温から冷却までの寸法変化挙動, (b)は 700℃以上の高温での寸法変化挙動を拡大した図である。いずれの試料も, 900℃付近で α - γ 変態に伴う収縮が生じ, その後, 焼結保持中に収縮が生じている。 α - γ 変態および焼結保持時の収縮量を拡散付着 Mo 量で整理した結果を, Fig. 3-14 に示す。ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の付着 Mo 量が多いほうが, プレアロイ鋼粉に比べ, 900℃付近の α - γ 変態に伴う収縮量が少なくなることが分かる。焼結保持の収縮量は, プレアロイ鋼粉に比べ, 拡散付着 Mo 量が 0.2mass%のときにわずかに大きくなっているが, 拡散付着 Mo 量が 0.6mass%では, プレアロイ鋼粉と変わらず, 大きな差は認められない。

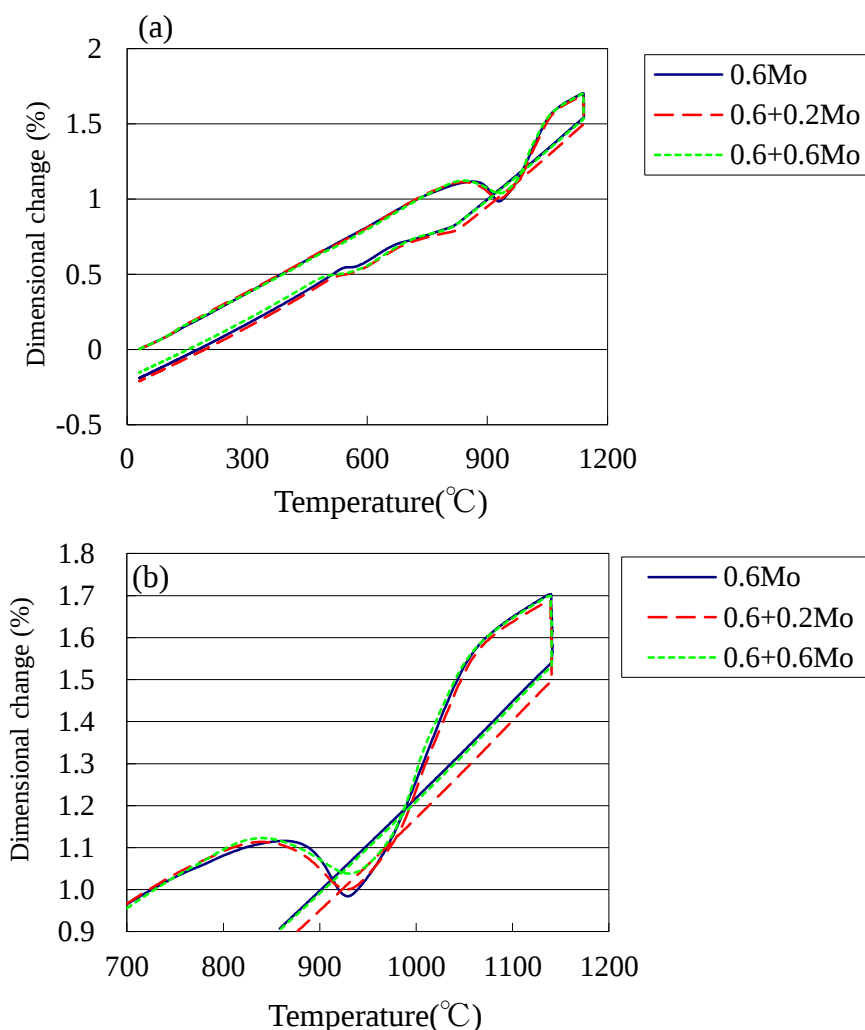


Fig. 3-13 Sintering behavior of the Mo hybrid-alloyed and prealloyed steel powders. (a)Full range, (b)High temperature range.

焼結途中で急冷した試料の引張強さを Fig. 3-15 に示す. 800℃から急冷した試料では, いずれの試料の強度もあまり変わらず, それほど焼結は進んでいないと考えられる. 1000℃および 1130℃から急冷した試料では, 拡散付着 Mo 量が多いほうが高い引張強さが得られており, 拡散付着 Mo による焼結性向上, および Mo によりネック強化が促進されているものと考えられる.

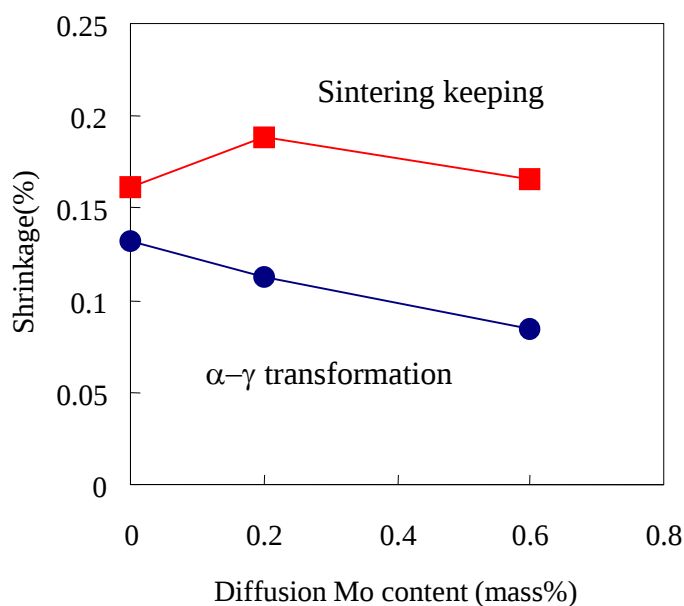


Fig. 3-14 Effect of diffusion bonded Mo content on shrinkage during α - γ transformation and sintering keeping.

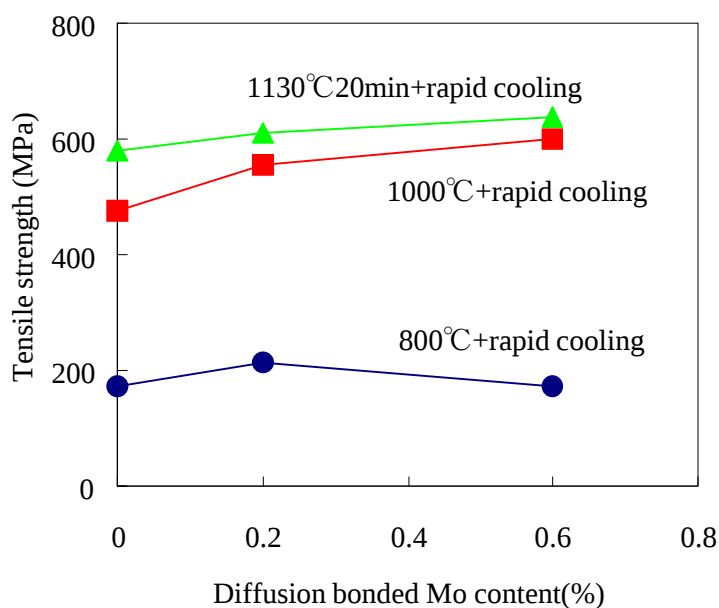


Fig. 3-15 Effect of diffusion bonded Mo content on tensile strength of rapid cooled compacts after heating.

3.5.2 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結機構

粉末の焼結機構については, Kuczynski によって, Fig. 3-16 に示すように, 焼結による粉末の接触部(ネック)に作用する粘性流動, 内部拡散, 表面拡散, 蒸発凝着の4つの機構が提唱されている[11]. 粘性流動は, ネックに作用する張力と粒子表面の圧力によって生ずるせん断応力により物質がネック方向に移動する機構であり, ガラスのような非晶質体で起こるものと考えられている. 蒸発凝着は, 接触点以外の粉末表面で物質が蒸発し, 接触点に凝着する機構であり, 蒸気圧の高い物質で起こるものと考えられている. 内部拡散および表面拡散については, ネックに存在する張力が原因となる空格子点の濃度勾配が駆動力となり, 空格子点は濃度が均一になるようにネック表面から内部へ拡散する. 逆に原子は, ネック表面の方向へ移動する.

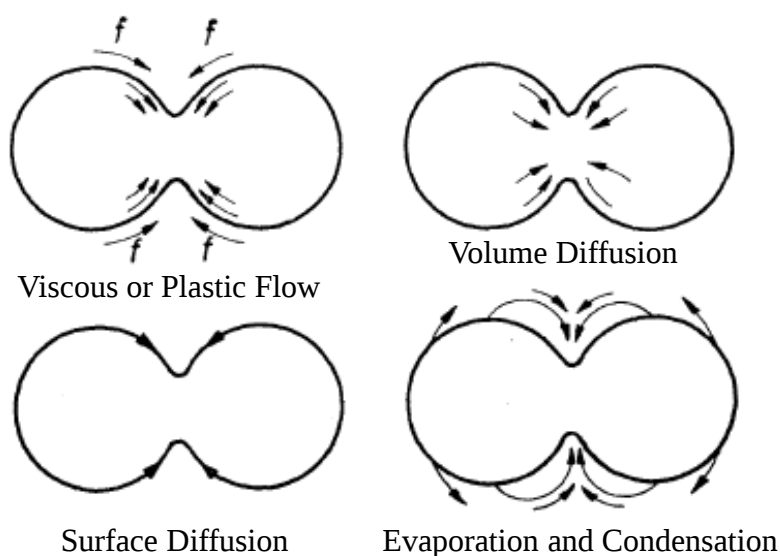


Fig. 3-16 Sintering mechanisms.

それぞれの焼結機構の焼結式は, 焼結時間とネックの成長の関係が以下のように示されている.

粘性流動 $x^2 = \frac{3 a \sigma}{2 \eta} t$

内部拡散 $\frac{x^5}{a^2} = \frac{40 \alpha \delta^3}{kT} D_v t$

表面拡散 $\frac{x^7}{a^3} = \frac{56 \alpha \delta^4}{kT} D_s t$

蒸発凝着 $x^3 = \frac{3 K''}{2 \beta} t$

$2x$: 接触部の幅

a : 粒子の半径

η : 粘性係数

T : 絶対焼結温度

D_v : 内部拡散係数

D_s : 表面拡散係数

鉄の粉末の焼結について、松村は約 1000℃までは表面拡散で、約 1300℃以上は内部拡散機構が支配的であり、その間の温度は両方の機構が働くとしている[12]。ただし、新宮は、ネックの成長と収縮率の比較により、 α 相の領域における焼結は、体拡散、粒界拡散、表面拡散の3つの要素によって進行するとしている[13]。また、Fe-Mo 合金の焼結挙動については、田辺らは、Fe-Mo 細線を用いた実験で、 α 、 γ 組成ともに基本的には体積拡散機構により進み、 γ 相組成の低温側では一部表面拡散も関与しているとしている[8]。これらの文献から、鉄の粉末の α 、 γ 組成域での拡散機構には、不純物や結晶粒界などの各種の因子が影響し、明確な実験結果が得られている訳ではない。

本研究のハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉では、Fig. 3-13 に示したように、1130℃の焼結保持中において、収縮量の増加はわずかである。ただし、Fig. 3-10 に示したように、気孔の微細化は認められる。ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉は、高温で α 相を残存させる Mo 濃化部が粒子表面に存在するため、 α 相の拡散促進効果によって、表面拡散によりネックが成長するだけで、粒子間距離が近づくほどの大きな収縮(内部拡散)は生じないものと考えられる。すなわち、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結機構は、内部拡散より表面拡散が支配的な焼結機構と考えられ、収縮量はそれほど大きくなり、ネックの成長により気孔が微細化したものと考えられる。

3.6 結言

Mo 系プレアロイ鋼粉表面に Mo を拡散付着させた高疲労強度焼結部品用ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を開発した。ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用い、温間金型潤滑成形法を適用した焼結・浸炭熱処理材特性および焼結挙動を調べた。得られた主な結果を以下に示す。

- (1)ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用い、温間金型潤滑成形法を適用した焼結・浸炭熱処理材の面圧疲労強度は、Mo プレアロイ鋼粉より 1 GPa 程度高い値が得られ、3.9 GPa の面圧疲労強度が得られた。
- (2)ハイブリッド型 Mo 合金鋼粉を用いた焼結材の高面圧疲労強度は、温間金型潤滑成形法による高密度化に加え、Mo プレアロイ鋼粉に比べ、気孔が微細化したこと、かつ、気孔周囲への Mo の濃化により焼結ネックが強化されたため、疲労き裂の発生および伝播を抑制したことに起因するものと考えられる。
- (3)ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結機構は、粒子表面の Mo 濃化部に起因する表面拡散が支配的と考えられるため、収縮量はそれほど大きくなり、ネックの成長により気孔が微細化したものと考えられる。

参考文献

- 1) A. Fujiki and M. Kano: New PM Valve Seat Insert Materials for High Performance Engines,

SAE Paper, 920570 (1992).

- 2) H. Danninger: Sintering of Mo Alloyed P/M Structural Steels, Powder Metallurgy International, Vol. 20, No. 4 (1988)7-11.
- 3) H. Danninger and T. Kara: Influence of manufacturing Parameters on the Sintering of Mo Alloyed Structural Steels, Powder Metallurgy International, Vol. 20, No. 6 (1988) 9-13.
- 4) B. Lindqvist: A Molybdenum-alloyed PM Steel for surface hardening, Proceedings of World Congress on Powder Metallurgy, 2 (1990) 170-177.
- 5) O. Kubaschewski: Iron-Binary Phase Diagrams, Springer-Verlag, (1982) 66.
- 6) F. S. Buffington, K. Hirano and M. Cohen: Self Diffusion in Iron, Acta Metallurgica, 9 (1961) 434-439.
- 7) A. Schoeler, W. Bleck and R. Link: Quasi-in-situ Observations of the Sintering Behaviour of Molybdenum-Alloyed Sintered Steels, Steel Research, 71 (2000) 44-51.
- 8) 田辺重則, 森田明宏, 柴田治郎, 朝倉健二: 鉄-モリブデン合金の α , γ 相における焼結挙動, 粉体および粉末冶金, Vol. 35, No. 4 (1988) 233-238.
- 9) 宇波繁, 林宏爾: 鉄粗粉の焼結緻密化に及ぼす焼結条件と Mo 添加の影響, 粉体および粉末冶金, Vol. 44, No. 8 (1997) 765-769.
- 10) S. Unami, Y. Ozaki and S. Uenosono: Rolling Contact Fatigue Property of Sintered and Carburized Compacts made of Molybdenum Hybrid-alloyed Steel Powder, Materials Science Forum, 534-536 (2007) 713-716.
- 11) G. C. Kuczynski: Self-diffusion in sintering of metallic particles, Transactions of the AIME, 85 (1949) 169-178
- 12) 松村源太郎: 金属学会会報, 粉末の焼結機構, 13 (1966) 448-456.
- 13) 新宮秀夫: 焼結の初期における物質移動の機構, 粉体および粉末冶金, 15 (1969) 409-413.

第4章 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結・浸炭熱処理材の回転曲げ疲労強度

4.1 本章の目的

3章では、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の設計思想を述べ、焼結機構および焼結・浸炭熱処理材の面圧疲労強度の向上機構について考察した。

本章では、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いて、温間金型潤滑成形法を用いずに、簡便な方法を用いた場合の特性について述べる。一つは、温間成形、金型加熱成形を用いた場合の焼結・浸炭熱処理材の回転曲げ疲労強度 [1]を検討した結果であり、もう一つは、他元素粉末の添加 (Ni, Cu) による焼結性および回転曲げ疲労強度向上の検討結果について述べる[2]。

4.2 試料および実験方法

4.2.1 原料粉および試験片作製条件

Table 4-1 に示すハイブリッド型およびプレアロイ型合金鋼粉をベース粉として用いた。天然黒鉛粉 (日本黒鉛工業 (株) 製, 平均粒径 $4\ \mu\text{m}$) および 3 種類の潤滑剤 Lub A, B および C を用いた。Lub A は、室温成形に適した潤滑剤である。Lub B は、粉末は加熱せずに室温のままとし、金型のみを 60°C 程度に加熱して成形する金型加熱成形法に適した潤滑剤である[3]。Lub C は、粉末、金型ともに 130°C 程度に加熱する温間成形に適した潤滑剤[4]である。配合組成および成形方法を Table 4-2 に示す。

また、Ni 粉、Cu 粉添加の影響を調べるため、Table 4-3 に示すように、ハイブリッド型 Mo 合金鋼粉をベース粉として、天然黒鉛粉、カルボニル Ni 粉および電解 Cu 粉を添加した。潤滑剤は、温間成形に適した潤滑剤である。混合粉を粉末、金型ともに 130°C に加熱して、成形圧力 490, 686 MPa にて成形した。

いずれの成形体も、 1130°C , 20 min, 吸熱型ガスで焼結し、その後、浸炭熱処理 (浸炭: 900°C , 60 min, カーボンポテンシャル 0.8%, 焼入れ: 60°C 油中, 焼もどし: 180°C , 60 min) を行った。

Table 4-1 Chemical composition of powders used.

Symbol	Prealloy(mass%)		Diffusion bonded (mass%)
	Mo	Mn	Mo
Hybrid	0.6	0.2	0.2
Prealloy	0.6	0.2	0

Table 4-2 Lubricants and compacting conditions.

Symbol	Lubricant	Lubricant content		Compacting temperature		Compacting Pressure
		Hybrid	Prealloy	Powder	Die	
CC	Lub A	0.8 mass%		R.T.	R.T.	686 MPa
HD	Lub B	0.5 mass%		R.T.	60 ° C	686 MPa
WC	Lub C	0.6 mass%	0.6 mass%	130 ° C	130 ° C	686 MPa

R.T.=Room temperature

Table 4-3 Chemical compositions of powders used for investigating Ni or Cu effect.

Symbol	Base powder(mass%)				Additives(mass%)			
	Prealloyed			Diffusion bonded	Gr	Ni	Cu	Lub
	Fe	Mo	Mn	Mo				
No addition	bal.	0.6	0.2	0.2	0.3	-	-	0.6
1Ni						1.0	-	
2Ni						2.0	-	
1Cu						-	1.0	
2Cu						-	2.0	

4.2.2 評価方法

密度を JIS Z 2501 に基づいて測定した。引張試験には、平行部径 5 mm、長さ 15 mm の小型丸棒試験片を用い、JIS Z 2241 に基づき、引張強度を評価した。回転曲げ疲労試験には、平行部径 8 mm、長さ 15.4 mm の平滑丸棒試験片を用い、小野式回転曲げ疲労試験機により回転数 3000 min^{-1} 、応力比 $R=-1$ の条件で実施した。耐久限度は繰り返し数 10^7 回において破壊しない応力として求めた。組織観察を、焼結体切断研磨面を 3% ナイタル溶液で腐食した後、光学顕微鏡を用いて行った。

4.3 実験結果

ハイブリッド型およびプレアロイ型 Mo 系合金鋼粉を用いた場合の圧粉密度と焼結密度を Fig. 4-1 に示す。ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の圧粉密度は、通常の室温成形に比べ、金型だけ 60°C に加熱する成形方法により約 0.1 Mg/m^3 、粉末と金型を 130°C に加熱する温間成形により約 0.15 Mg/m^3 程向上する。ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の圧粉密度は、プレアロイ型 Mo 系合金鋼粉とほぼ同程度である。焼結密度は、いずれの合金鋼粉も、焼結収縮により圧粉密度より 0.01 Mg/m^3 程度上昇する。

焼結浸炭材の焼結密度と引張強度の関係を Fig. 4-2 に示す。ハイブリッド型 Mo 系合金

鋼粉を用いた焼結浸炭材(以後、ハイブリッド材と記す)の引張強さは、高密度成形法により密度を高くするほど高くなり、焼結密度 7.3 Mg/m^3 で 1300 MPa の引張強さが得られる。同じ密度で比較すると、ハイブリッド材のほうが、プレアロイ型合金鋼粉を用いた試験片(以後、プレアロイ材と記す)より高い引張強さが得られる。

焼結密度と回転曲げ疲労強度の関係を Fig. 4-3 に示す。ハイブリッド材の回転曲げ疲労強度は、引張強さと同様に、密度を高くするほど高くなる傾向にあり、焼結密度 7.3 Mg/m^3 で 430 MPa の回転曲げ疲労強度が得られる。ハイブリッド材は、同じ密度で比べるとプレアロイ材より高い値が得られる。

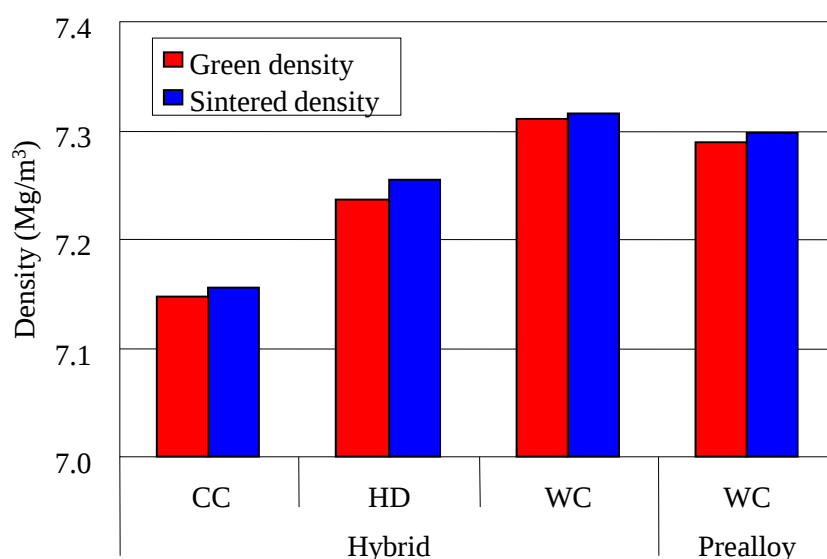


Fig. 4-1 Green and sintered densities of the molybdenum hybrid-alloyed and the prealloyed steel powders.

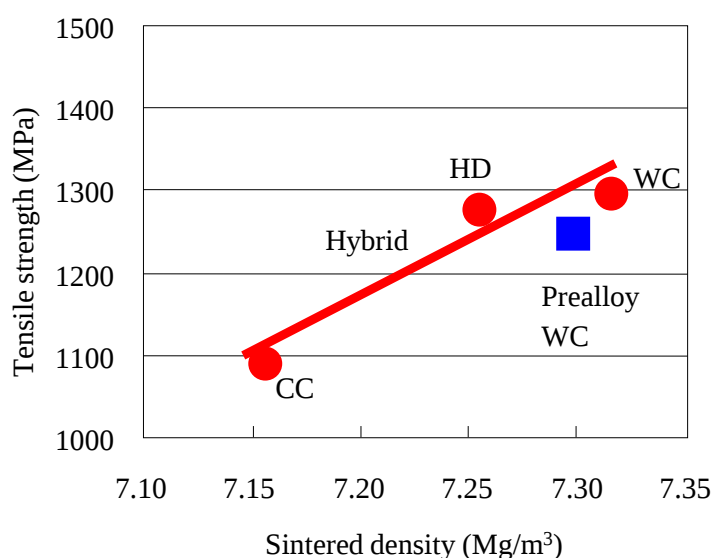


Fig. 4-2 Tensile strength vs. sintered density of the sintered and carburized compacts made of the molybdenum hybrid-alloyed and the prealloyed steel powders.

温間成形により作製した焼結浸炭材の表面部の断面組織を Fig. 4-4 に示す. ハイブリッド材とプレアロイ材の組織は, ほとんど大差なく, ほぼ均一な焼もどしマルテンサイト組織を呈している.

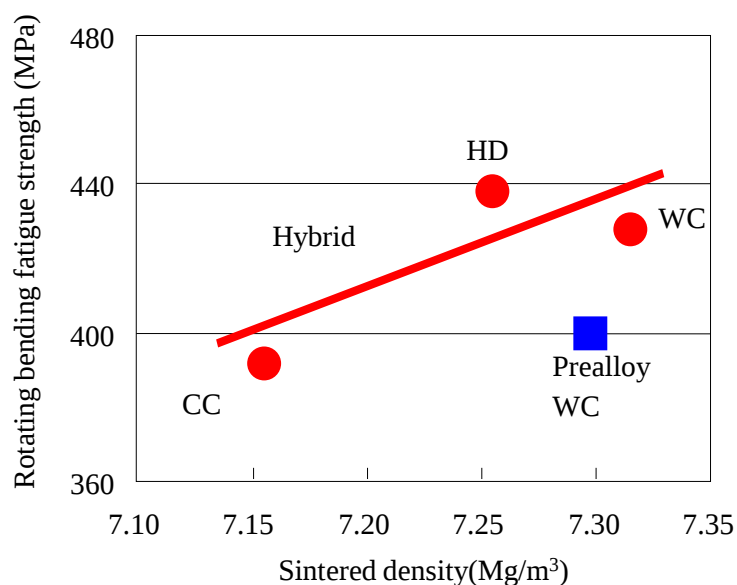


Fig. 4-3 Rotating bending fatigue strength vs. sintered density of the sintered and carburized compacts made of the molybdenum hybrid-alloyed and the prealloyed steel powders.

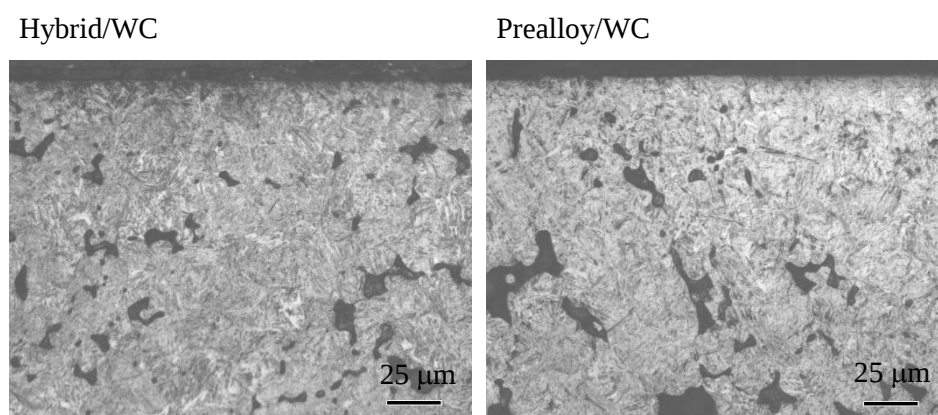


Fig. 4-4 Cross-sectional microstructure of the sintered and carburized compacts made of the molybdenum hybrid-alloyed and the prealloyed steel powders.

次に、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉に Ni 粉および Cu 粉を添加した場合の回転曲げ疲労試験結果を Fig. 4-5 に、回転曲げ疲労強度の関係に及ぼす Ni, Cu の影響を Fig. 4-6 に示す. Ni 添加の場合、1mass%添加では疲労強度は高くなるが、2mass%添加では、逆に低下する. また、Cu 添加の場合は、明らかに疲労強度は低下する.

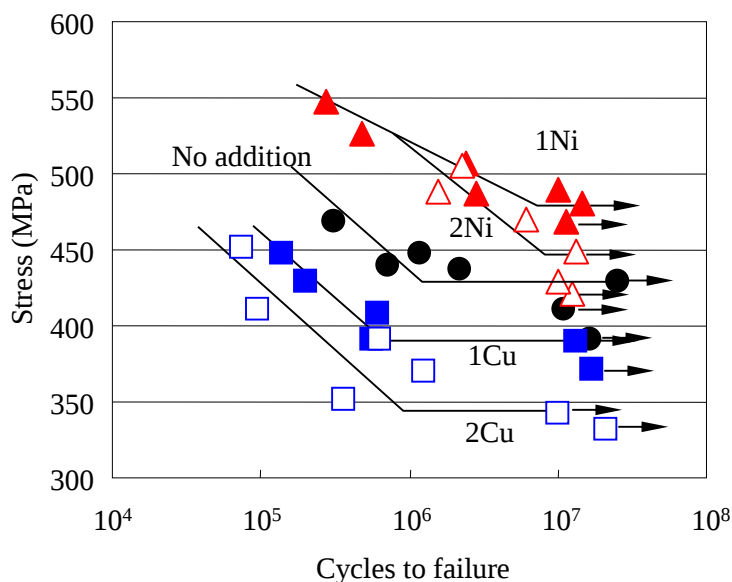


Fig. 4-5 Results of rotating bending fatigue tests of the sintered and carburized compacts made of the Mo hybrid-alloyed steel powder with Ni or Cu powder addition.

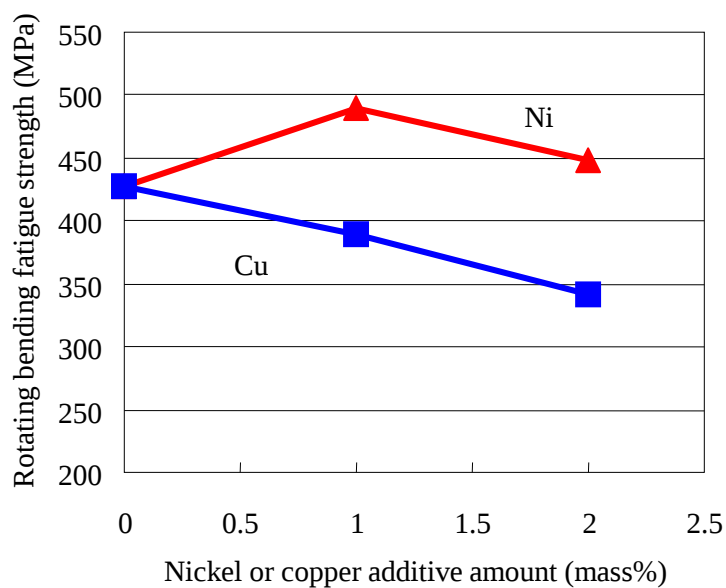


Fig. 4-6 Effect of Ni or Cu powder additive amount on rotating bending fatigue strength of the sintered and carburized compacts made of the Mo hybrid-alloyed steel powder.

ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉に Ni 粉および Cu 粉を添加した場合の焼結浸炭材の断面組織を Fig. 4-7 に示す. Ni を添加した場合, Ni が濃化した白色の組織が点在するが, Cu を添加した場合, Cu 液相の流出に伴う粗大な気孔(流出孔)が認められる.

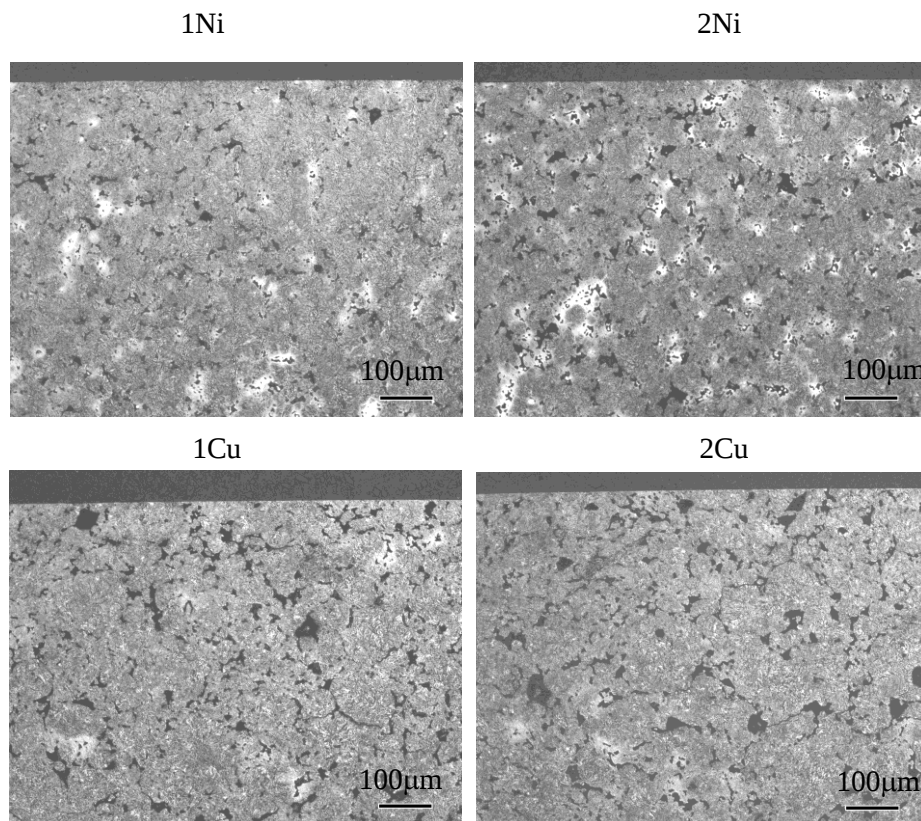


Fig. 4-7 Cross-sectional microstructures of the sintered and carburized compacts made of the Mo hybrid-alloyed steel powder with Ni or Cu powder addition.

4.4 考察

4.4.1 回転曲げ疲労強度の向上機構

Fig. 4-3 に, ハイブリッド材のほうがプレアロイ材より回転曲げ疲労強度が高いことを示した. このハイブリッド材の高疲労強度の原因について考察する.

まず, 焼結浸炭材の気孔形態を Fig. 4-8 に示す. ついで, これらの写真(面積:0.48 mm²)を用い, 画像解析(使用アプリケーション:ImageJ)により, 全体の気孔の面積率および 20 μm 以上の円相当径を有する粗大気孔の面積率を算出した結果を Fig. 4-9 に示す. ハイブリッド材の全体の気孔量は, 高密度成形法により密度を高くするほど少なくなる. 同じ温間成形材で比べると, ハイブリッド材における全体の気孔量はプレアロイ材のそれとほぼ同じ量であるが, 粗大気孔の量はプレアロイ材より少ない. これは, ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の表面に存在する Mo 高濃度部が, 焼結時に拡散係数が高い α 相となり, 焼結が促進されたため, 粗大な気孔が減少したものと推測される.

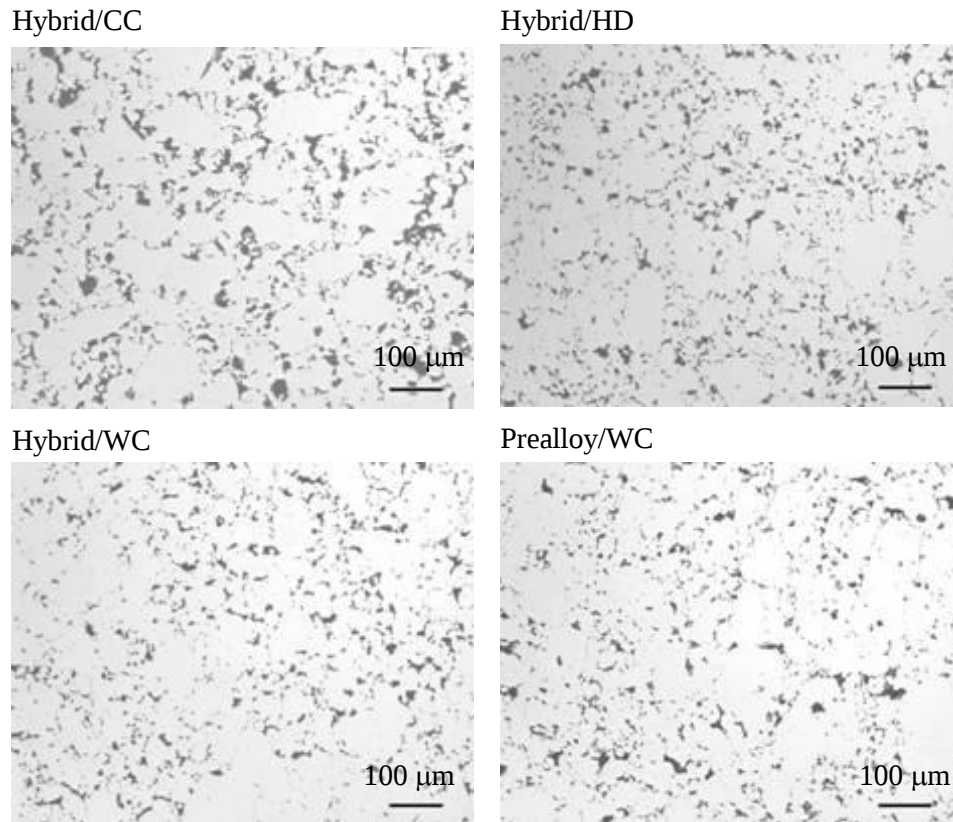


Fig. 4-8 Cross-sectional pore structures of the sintered and carburized compacts made of the molybdenum hybrid-alloyed and the prealloyed steel powders.

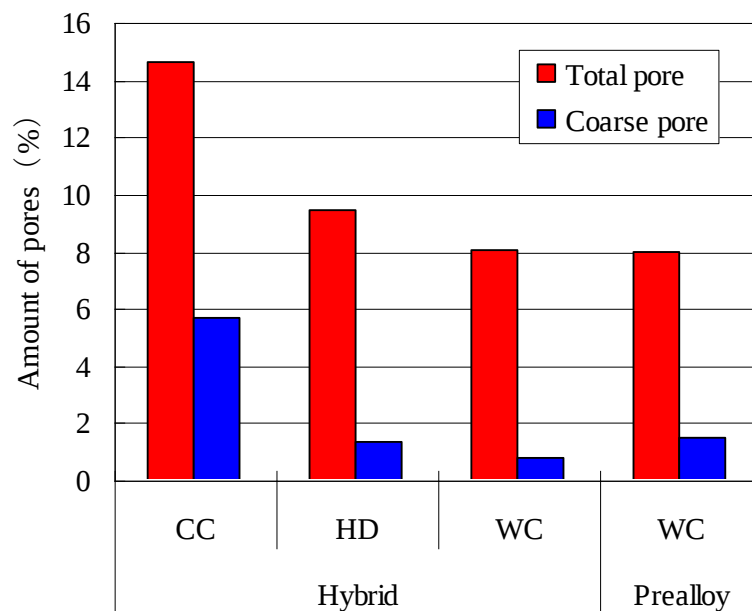


Fig. 4-9 Amount of total and coarse pores over 20 μm of the sintered and carburized compacts made of the molybdenum hybrid-alloyed and the prealloyed steel powders.

粗大気孔の量と回転曲げ疲労強度の関係を Fig. 4-10 に示す. 粗大気孔が少なくなるほど, 疲労強度は向上するが, 同程度の粗大気孔量でも, ハイブリッド材はプレアロイ材より高い疲労強度が得られる. したがって, 粗大気孔量が低減したことだけでは, ハイブリッド材の高疲労強度の説明がつかない.

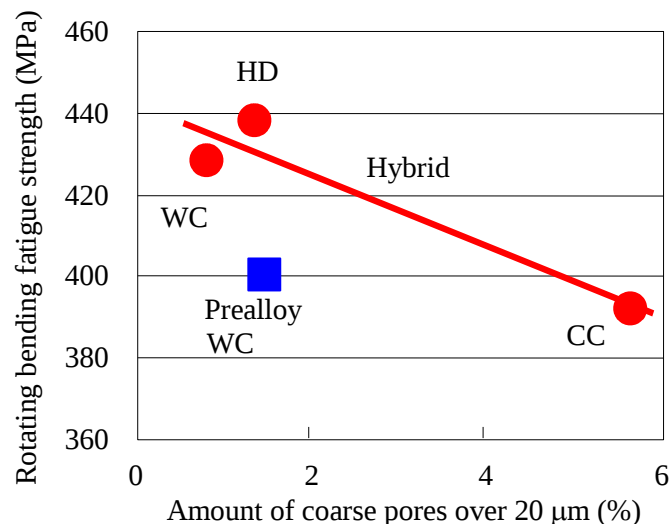
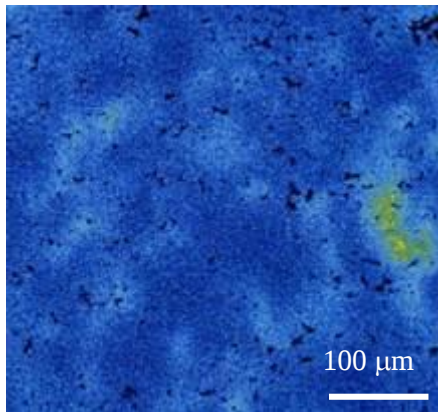


Fig. 4-10 Rotating bending fatigue strength vs. amount of the coarse pores over 20 μm of the sintered and carburized compacts made of the molybdenum hybrid-alloyed and the prealloyed steel powders.

Fig. 4-11 に, ハイブリッド材の EPMA による Mo マッピング像と, これを基に算出した Mo の濃度分布をそれぞれ示す. マッピング像では, 気孔の周囲に Mo が濃化していることが分かる. これは, ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の表面に存在する Mo 高濃度部が焼結時に十分に均一には拡散しないためと考えられる. Mo の濃度分布は, ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の Mo の平均含有量である 0.8mass%でピークを示す. Mo 濃化部の Mo 濃度は, 最大 2mass%程度である. Mo が 0.8mass%以上に濃化した領域の面積率は 40%を超える. 気孔周囲にある Mo 濃化部は, Mo の固溶硬化により基地部より強度が高いと考えられる. したがって, ハイブリッド材では, 気孔周辺への Mo の濃化により焼結ネックが強化されたことも, 疲労き裂の発生および伝播を抑制し高疲労強度を発現させた一因と考えられる.

以上の結果から, ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた焼結浸炭材の高い回転曲げ疲労強度は, 粗大な気孔が減少したことに加え, 気孔周囲への Mo の濃化により焼結ネックが強化されたため, 疲労き裂の発生および伝播を抑制したことに起因するものと考えられる.

(a) EPMA image



(b) Area fraction of Mo content

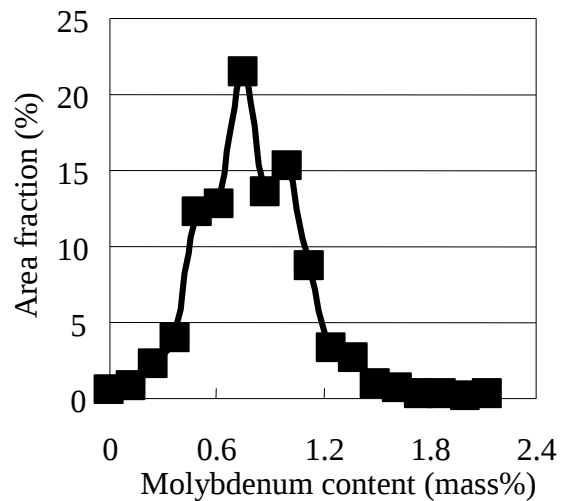


Fig.4-11 (a) EPMA image of molybdenum and (b) area fraction of molybdenum content in the sintered compact made of the molybdenum hybrid-alloyed steel powder.

4.4.2 焼結性に及ぼす Ni, Cu 添加の影響

Fig. 4-6 に, Ni 添加によって疲労強度が向上し, Cu 添加によって疲労強度が低下することを示した. そこで, 疲労強度に及ぼす Ni, Cu の影響についても考察する.

Fig. 4-12 に, 画像解析により算出した焼結材の最大気孔径を示す. Ni を添加した場合, 全般的に気孔が微細化し, 最大気孔径も 35 から約 25 μm と小さくなり, 2mass%添加しても同様であった. 一方, Cu を添加した場合, 全般的に気孔は粗大化し, 最大気孔径も 35 から約 45 μm と大きくなり, 2mass%添加でも同様であった. このように最大気孔径への Ni, Cu の影響が, 疲労強度に関与したものと考えられる.

気孔に及ぼす Ni と Cu の影響を調べるため, 接触型熱膨張計を用いて, 1mass%Ni, 1 mass%Cu 添加材の焼結挙動を調べた. 焼結挙動を Fig. 4-13 に示す. Ni 添加材では, 無添加材に比べ焼結保持中の収縮が大きくなっている. したがって, Ni の添加は, ハイブリッド Mo 合金鋼粉の Mo 高濃度相の焼結促進効果に加え, Ni 粉の収縮促進効果[5]により, 気孔を微細化したものと考えられる.

一方, Cu 添加材では, Cu の融点の 1083°C 近傍で膨張, いわゆる Cu 膨張[6]が生じている. したがって, Cu 液相がハイブリッド Mo 合金鋼粉の粒子間の距離を離してしまうため, Mo 高濃度相の焼結昇温中の焼結促進効果を阻害することから, 気孔が微細化せず, さらに, Cu 液相の流出孔が残留してしまい, 最大気孔径も大きくなったものと考えられる.

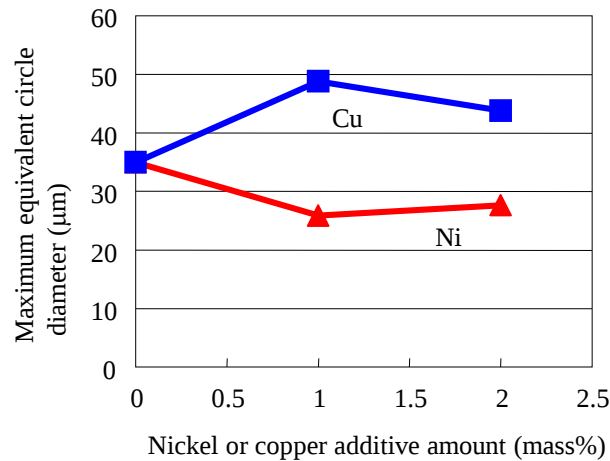


Fig. 4-12 Effect of Ni or Cu powder additive amount on maximum equivalent circle diameter of the pores existing in the sintered compacts made of the Mo hybrid-alloyed steel powder.

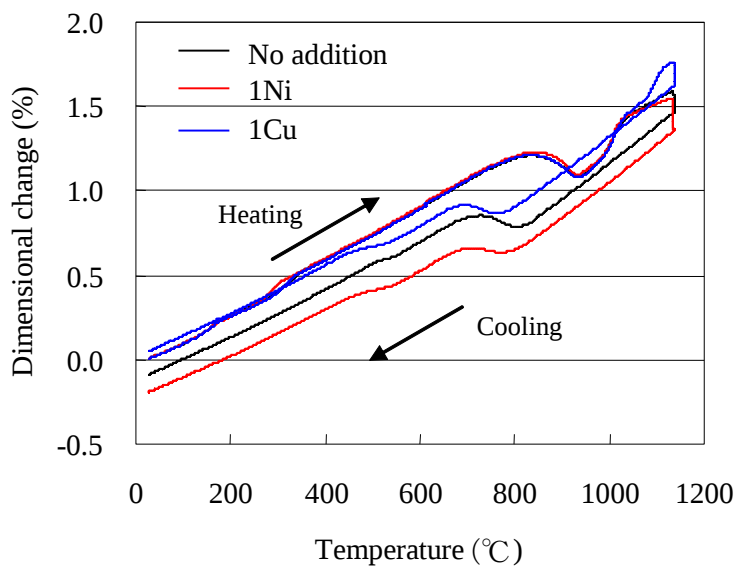


Fig. 4-13 Sintering behavior of the Mo hybrid-alloyed steel powder with Ni or Cu powder addition.

4.5 結言

0.6mass%Mo プレアロイ鋼粉表面に Mo を 0.2mass%拡散付着させたハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結・浸炭材の回転曲げ疲労強度を, 0.6mass%Mo プレアロイ鋼粉と比較して調べた. さらに, 他元素粉末(Ni, Cu)添加の影響を調べた. 主要な結果を以下に示す.

(1)ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた焼結浸炭材の回転曲げ疲労強度は, Mo プレアロイ鋼粉より高い値が得られ, 焼結密度 7.3 Mg/m^3 で 430 MPa の回転曲げ疲労強度が得られた.

(2)ハイブリッド型 Mo 合金鋼粉を用いた焼結浸炭材の高い回転曲げ疲労強度は, Mo プレア

ロイ鋼粉に比べ、粗大な気孔が減少したことに加え、気孔周囲への Mo の濃化により焼結ネックが強化されたため、疲労き裂の発生および伝播を抑制したことに起因する。

(3) ハイブリッド型 Mo 合金鋼粉への 1mass%Ni 添加により、回転曲げ疲労強度は向上した。これは、焼結収縮が促進し、気孔が微細化し、最大気孔径が小さくなったためである。

(4) ハイブリッド型 Mo 合金鋼粉への Cu 添加により、回転曲げ疲労強度は低下した。これは、Cu 液相による膨張が生じ、最大気孔径が大きくなったためである。

参考文献

- 1) 宇波繁, 尾崎由紀子, 上ノ菌聡: ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた焼結浸炭熱処理材の疲労強度, 粉体および粉末冶金, Vol. 54, No. 7 (2007) 519-524.
- 2) S.Unami and Y.Ozaki: Effect of Nickel or Copper Addition on Mechanical Properties of Sintered and Carburized Compacts Made of Molybdenum Hybrid-Alloyed Steel Powder, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Part10, (2008) 129-139.
- 3) 尾崎由紀子, 宇波繁, 尾野友重: 加熱設備なしで高密度成形体が得られる偏析防止処理粉 JIP クリーンミックス HDX の開発, 粉体および粉末冶金, Vol. 56, No. 2 (2009) 140-142.
- 4) Y. Ozaki, S. Uenosono and K. Ogura: An Analysis of Compaction Behaviors of Iron Powder During Warm Compaction, Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, MPIF, Vol. 1, Part 2 (1999) 109-116.
- 5) Y. Hanadate, K. Mashima and H. Mitani: On the Sintering of the Fe-Ni-C Ternary Mixed Powder Compacts, Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, Vol. 25, No. 4 (1978) 116-121.
- 6) W. A. Kaysser, W. J. Huppmann and G. Petzow: Analysis of dimensional changes during sintering of Fe-Cu, Powder Metallurgy, No. 2, (1980) 86-91.

第3章

ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の実部品への適用

5.1 本章の目的

自動車エンジンシステムの小型化により、Fig. 5-1 に示すエンジンスプロケットに対し、高い疲労強度が要求されるため、溶製材が使用されていた。著者らは、このスプロケットについて、粉末冶金法で対応し、要求特性を満足させるため、Fe-0.6mass%Mo プレアロイ鋼粉を用いて、温間金型潤滑成形法を用いて高密度化する製造方法を開発していたが、疲労強度の要求特性を満足させるため、焼結条件を高温・長時間化する必要があった。この原料および製造方法により、溶製材スプロケットに比べ、30%コストダウンは達成したが、特殊な製造プロセスであるため、生産性および製造コストに課題を残していた。そこで、3章で開発した焼結性に優れるハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を適用することにより、焼結条件の低温・短時間化を検討した。

本章では、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を実部品に適用した結果について述べる。



Fig. 5-1 Appearance of engine sprocket

5.2 実験方法

5.2.1 原料粉

Table5-1 に示す2種類の原料粉を供試粉とした。従来粉は Fe-0.6mass%Mo プレアロイ鋼粉である。開発粉は、全体の Mo 量を従来粉 (Fe-0.6mass%Mo プレアロイ鋼粉) と同量として、要求特性を満足できるように、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の合金組成 (プレアロイ Mo 量、拡散付着 Mo 量) を予備実験により最適化し、Fe-0.45mass%Mo プレアロイ鋼粉に 0.15mass%Mo 相当量の Mo を拡散付着させたハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた。

Table 5-1 Chemical composition of powders used.

Symbol	Total Mo (mass%)	Prealloy(mass%)		Diffusion bonded (mass%)
		Mo	Mn	Mo
Conventional	0.60	0.60	0.20	0
Developed	0.60	0.45	0.20	0.15

5.2.2 試験片作製条件

ベース粉に 0.65mass% の天然黒鉛粉と、0.2mass%の温間成形用潤滑剤を混合し、粉末、金型ともに加熱して、さらに、金型壁面に潤滑剤を塗布して成形する温間金型潤滑成形法にて成形した。従来製品の成形体は、従来焼結条件である 1130℃, 30 min, N_2-H_2 ガス中で焼結した。ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉は、低温短時間条件の 1110℃, 15 min, N_2-H_2 ガス中で焼結した。その後、熱処理 (900℃, 60 min, Ar ガス中, 焼入れ: 60℃油中, 焼もどし: 180℃, 60 min) を行った。

5.2.3 評価条件

回転曲げ疲労試験には、平行部径 8 mm, 長さ 15.4 mm の丸棒試験片を用い、回転曲げ疲労試験機により実施した。耐久限度は繰返し数 10^7 回での応力として求めた。100 倍×20 視野の連続写真の気孔寸法 (絶対最大長) を画像解析により測定した後、ワイブルプロットによる出現確率 99.99%の気孔寸法を最大気孔長さとした。粒子の輪郭線上の任意の2点間の距離の最大値を絶対最大長と定義した。

5.3 実験結果および考察

開発品および従来製品 (Fe-0.6mass%Mo プレアロイ鋼粉) を用いて作製した焼結体の最大気孔長さを Fig. 5-2 に示す。開発品は、低温・短時間化した一般的な条件でも高温・長時間条件で焼結した従来材より気孔が微細化しており、開発品は従来製品より焼結が促進されていると考えられる。

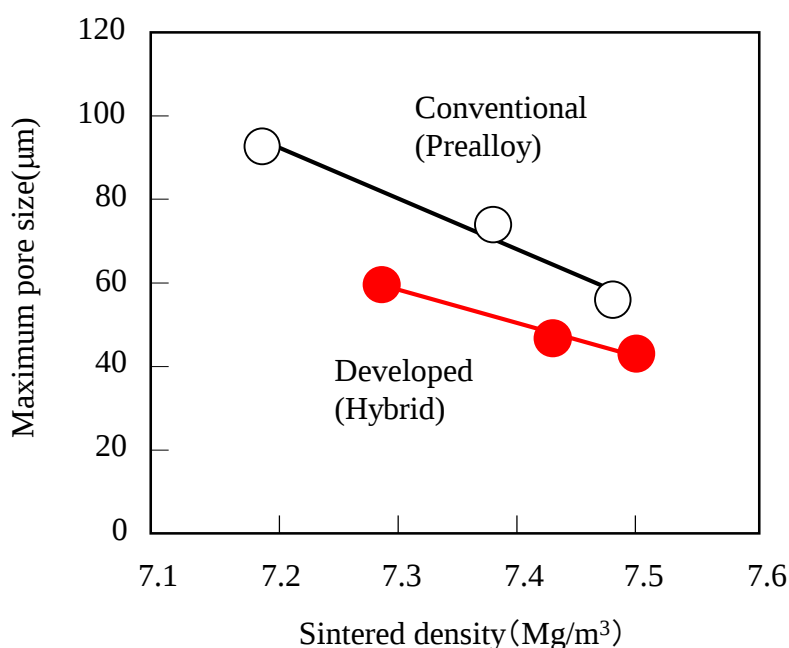


Fig. 5-2 Maximum pore size of the sintered compacts made of the molybdenum hybrid-alloyed and the prealloyed steel powders.

開発品および従来製品を用いて作製した焼結・熱処理材の回転曲げ疲労強度を Fig. 5-3 に示す. 高温・長時間で焼結した従来材と比較し, 焼結温度を 20℃低下, 焼結時間を 50%低減した低温・短時間の一般的な焼結条件でも, 開発品は同等以上の疲労強度を示す.

開発品を用いることにより, 一般的な焼結条件で高疲労強度エンジンプロケットを製造できるようになったため, 焼結工程の生産性が向上し, 焼結コストの低減を達成した.

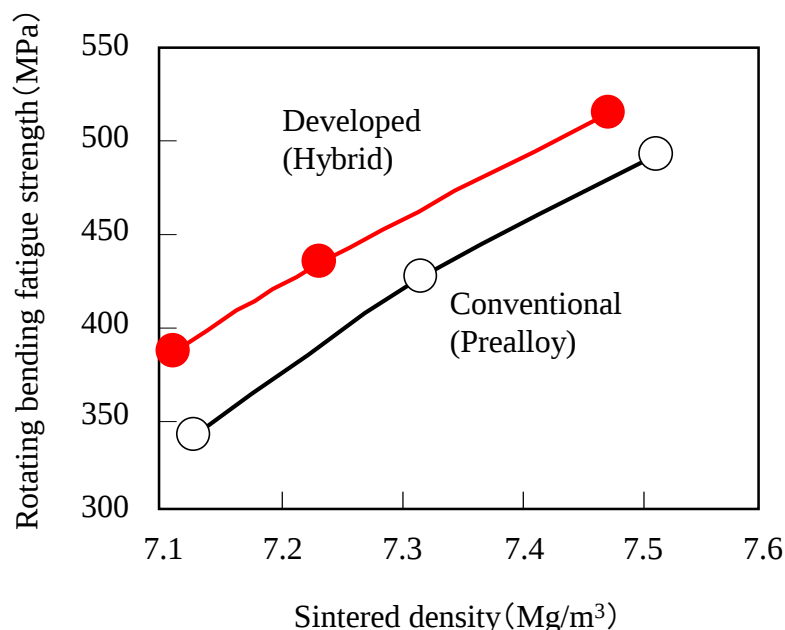


Fig. 5-3 Rotating bending fatigue strength of the sintered and heat-treated compacts made of the molybdenum hybrid-alloyed and the prealloyed steel powders.

5.4 結言

ハイブリッド型 Mo 合金鋼粉の合金組成を最適化し, Fe-0.45mass%Mo プレアロイ鋼粉に 0.15mass%Mo 相当量の Mo を拡散付着させたハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を開発し, 実部品のエンジンプロケットに適用した. 高温・長時間で焼結した従来材 Fe-0.6mass%Mo プレアロイ鋼粉と比較し, 焼結温度を 20℃低下, 焼結時間を 50%低減した低温・短時間の一般的な焼結条件でも, ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉は, 同等以上の疲労強度を示した.

現在, 自動車用チェーンプロケットに採用され, 30 t/月程度の製造を行っている.

参考文献

1) 宇波繁, 尾崎由紀子, 後迫勉, 谷野仁: 高疲労強度焼結部品用ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の開発, 粉体および粉末冶金, Vol. 57, No. 5 (2010) 341-347.

第6章 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉焼結体の転造による面圧疲労強度の向上

6.1 本章の目的

鉄系焼結合金歯車においても、熱間静水圧成形 (HIP) や熱間鍛造により素材全体を完全緻密化した後、仕上げホブ切りやシェービングにより歯面仕上げを行い、さらに浸炭焼入れや高周波焼入れなどの表面硬化処理を施すことで、溶製材歯車に匹敵する荷重伝達能力が得られるという報告[1, 2]がある。しかし、加工コストは溶製材歯車のそれと大差なく、通常の粉末冶金のメリットが損なわれる。そこで、本研究では、高負荷用歯車の生産性向上とコスト低減に向けて、粉末焼結体プリフォームに転造を施すことで素材表面層近傍のみを局所的に緻密化させる転造工法をハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉への適用を検討した。高負荷歯車の疲労損傷形態には、接触応力による面圧疲労から生じるピッチングやスポーリングおよび曲げ応力による歯元曲げ疲労から生じる歯の折損の 2 種類が挙げられる。

本章では、面圧疲労に着目し、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いて作製した焼結合金素材に CNC 転造盤により転造加工を行い、表面層近傍の気孔量を低減させたローラ試験片による面圧疲労試験を行った結果について述べる[3]。

6.2 試料および実験方法

6.2.1 試料

原料粉末には、Table 6-1 に示す Fe-0.6mass%Mo-0.2mass%Mn のプレアロイ鋼粉と、そのプレアロイ鋼粉に 0.2mass%の Mo を拡散付着させたハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用い、前者を素材 A、後者を素材 B とした。いずれの原料粉末にも、0.45mass%の黒鉛粉を添加した後、密度 7.1 Mg/m^3 に成形した。焼結は両者とも 1200°C 、45 min で行い、その後、旋盤にて外径 60 mm、内径 30 mm、幅 16 mm の試験片を作製した。

Table 6-1 Properties of sintered ferrous alloy compact roller.

Material	Chemical composition [mass%]				Sintered density [g/cm ³]	Porosity [%]	Hardness [HRB]
	Prealloy		Partial alloy	C			
	Mo	Mn	Mo				
A	0.6	0.2	-	0.38	7.10	10	60
B	0.6	0.2	0.2	0.39			68

6.2.2 転造方法

転造加工には、工具軸とワーク軸を交差させた状態で転造を行う軸交差式の CNC 転造盤を使用した。CNC 転造盤の外観図を Fig. 6-1 に示す。転造工具軸の回転数を 300 min^{-1} 、ワーク軸の回転数を 12 min^{-1} 、ワークの送り速度を 10 mm/min とした。潤滑油には鋼板用プレス加工油 (出光興産製ダフニープレスドローLF7) を用いた。転造工具は、超硬合金製の

ローラ状で、耐焼き付き性を高めるため、TiN コーティングが施されている。転造実験としては、転造加工による試験片の直径減少量を $100\ \mu\text{m}$ または $200\ \mu\text{m}$ とした。転造後、マイクロカッターによりローラを切り出し、表面から深さ $3.0\ \text{mm}$ までの領域をデジタルカメラで撮影し、その画像を計算機に取り込み二値化した後、画像解析により表面からの気孔率の変化を求めた。

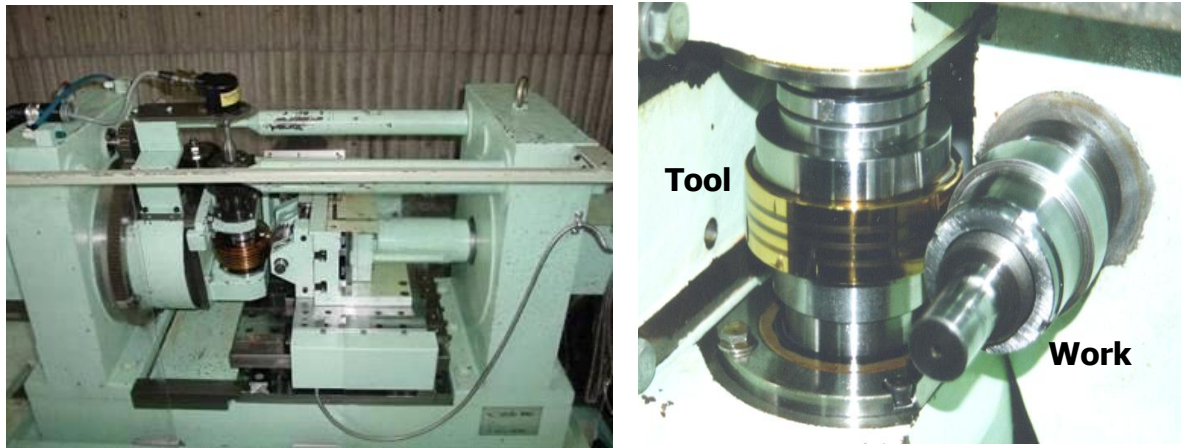


Fig. 6-1 Axial intersection type CNC forming machine.

6.2.3 浸炭焼き入れ

転造加工後の試験片に浸炭焼入れを施した。浸炭焼入れは Fig. 6-2 に示す有効硬化層深さ(550HV までの深さ)が $0.6\ \text{mm}$ と $1.2\ \text{mm}$ を目標とした 2 条件で行った。(前者をパターン A, 後者をパターン B とする)。浸炭焼入れ時には硬化層深さを適切に制御するため、素材端面および内周面に防炭処理を施した。また、焼入れ後に、研削処理を施した。これらの転造・浸炭熱処理材について表面から内部に向かっての硬さをマイクロビッカース硬さ試験機により測定した。

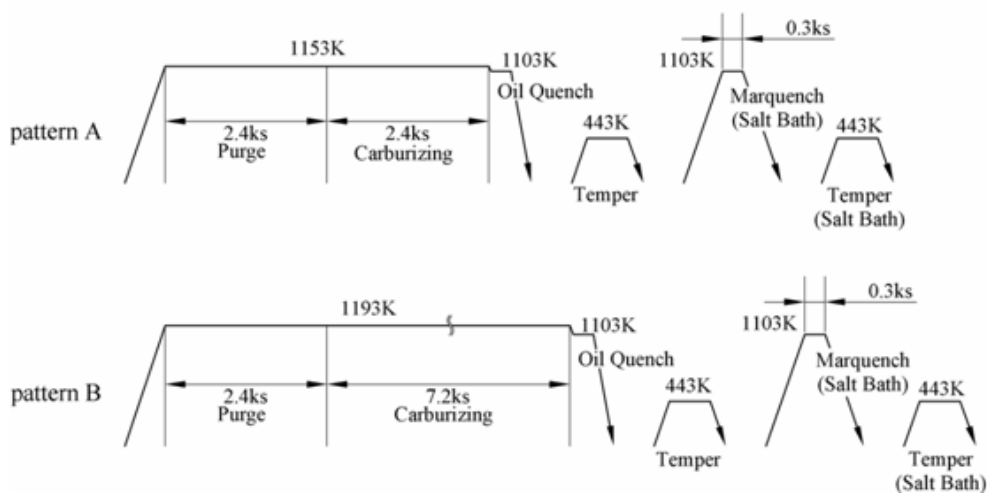


Fig. 6-2 Heat pattern of case hardening.

6.2.4 評価方法

面圧疲労試験には Fig. 6-3 に示す2円筒面圧疲労試験機を用いた。回転速度は低速側で 1742 min^{-1} 、高速側で 1794 min^{-1} であり、すべり率は 4%とした。試験片は低速側に取り付け、高速側には溶製材である SCM415 浸炭焼入れ鋼ローラを取り付けた。各種ローラ試験片および SCM415 浸炭焼入れ鋼ローラの形状を Fig. 6-4 に示す。なお、転造加工後浸炭焼入れを施したローラには、転造を施したローラとほぼ同じ粗さとなるように研削仕上げを施した。相手ローラである SCM415 浸炭焼入れ鋼ローラについても浸炭焼入れ後、研削仕上げを施した。比較のため SCM415 浸炭焼入れ鋼ローラの面圧疲労試験も行った。潤滑にはギアオイル(出光興産(株)製ダフニースーパーギアオイル LW150)を使用し、油温を 40°C 、油量 0.4 L/min でローラ接触部に強制給油した。疲労試験を、試験ローラが損傷し、それによる試験機の振動を振動感知センサが感知するか、繰り返し数 1.0×10^7 回転に達するまで行った。

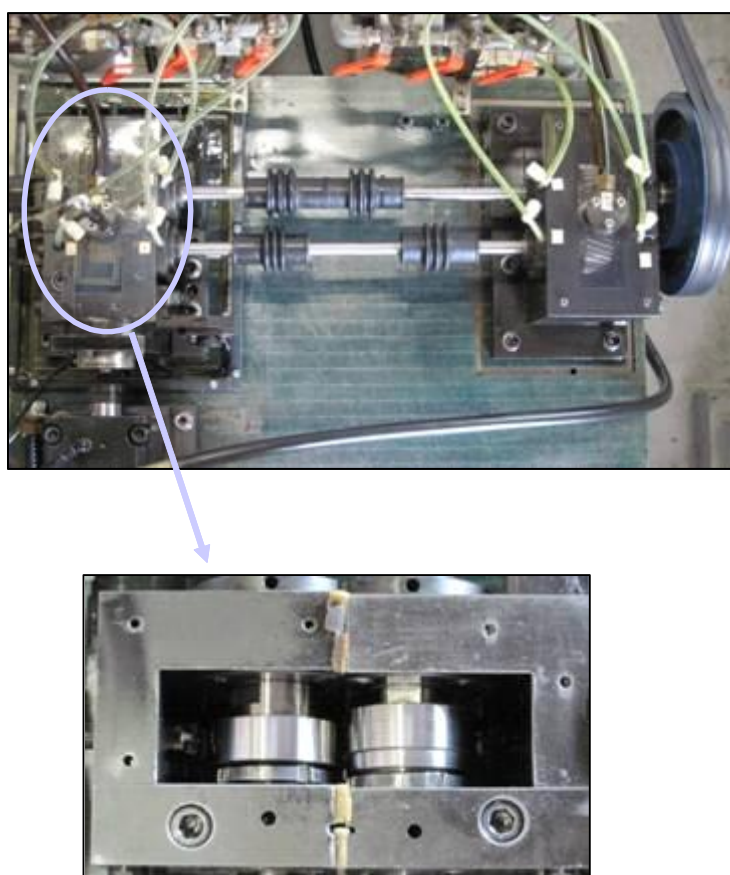


Fig. 6-3 Contact fatigue test machine.

2 つの円筒が接触する場合, ローラの接触線上に生じる最大ヘルツ応力 σ_H を式(6-1)を用いて算出した. ローラの接触状態を Fig. 6-5 に示す.

$$\sigma_H = \sqrt{\frac{F_n}{b} \frac{E'}{2\pi\rho}} \quad (6-1)$$

$$\frac{1}{E'} = \frac{1}{2} \left(\frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \right)$$

$$\frac{1}{\rho} = \frac{1}{\rho_1} + \frac{1}{\rho_2}$$

E_1, E_2 : 材料のヤング率

ν_1, ν_2 : 材料のポアソン比

ρ_1, ρ_2 : 曲率半径

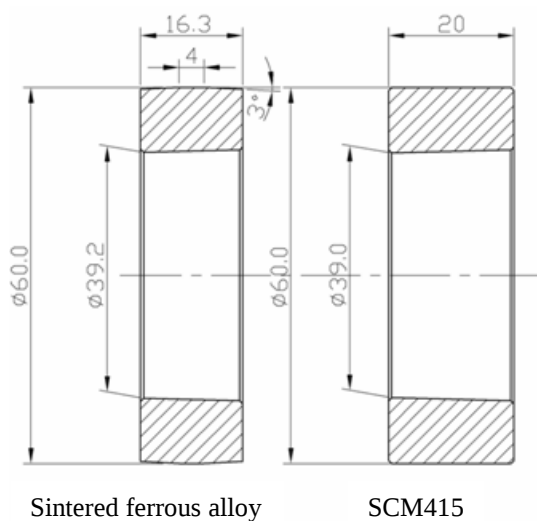


Fig. 6-4 Drawing of sintered ferrous alloy roller and SCM415 roller for contact fatigue test.

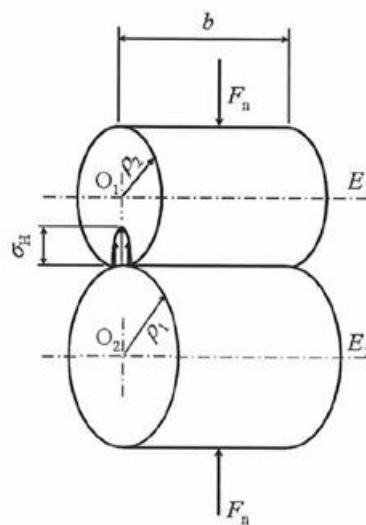


Fig. 6-5 Herzan contact.

6.2.5 最大せん断応力解析方法

ローラ表面下に発生する最大せん断応力 $\tau_{\max}$ 分布を J.O.Smith らの解析法[4]を用いて算出した。座標系を **Fig. 6-6** に示すように、ローラの円周方向を x 軸，軸方向を y 軸とした。そして、 $x=0$ における y 軸方向の最大せん断応力分布を式(6-2)より算出した。

$$\tau_{\max} = \frac{\sigma_x - \sigma_y}{2} \quad (6-2)$$

$$\sigma_x = -\frac{P_H y}{b} \left\{ (b^2 + 2x^2 + 2y^2)\phi - 2 - 3bx\psi \right\} - \frac{\mu P_H}{b} \left\{ 2(b^2 - x^2 - y^2)x\phi + 2x + (2x^2 - 2b^2 - 3y^2)b\psi \right\}$$

$$\sigma_y = -P_H y(b\phi - x\psi) - \mu P_H y^2 \psi$$

$$\sigma_z = -\nu(\sigma_x + \sigma_y)$$

$$\tau_{xy} = -P_H y^2 \psi - \frac{P_H y}{b} \left\{ (b^2 + 2x^2 + 2y^2)\phi - 2 - 3bx\psi \right\}$$

$$\phi(x, y), \psi(x, y) = \frac{\left(\sqrt{(b-x)^2 + y^2} \right)^{-1} \pm \left(\sqrt{(b+x)^2 + y^2} \right)^{-1}}{\sqrt{\left(\sqrt{(b-x)^2 + y^2} + \sqrt{(b+x)^2 + y^2} \right)^2 - 4b^2}}$$

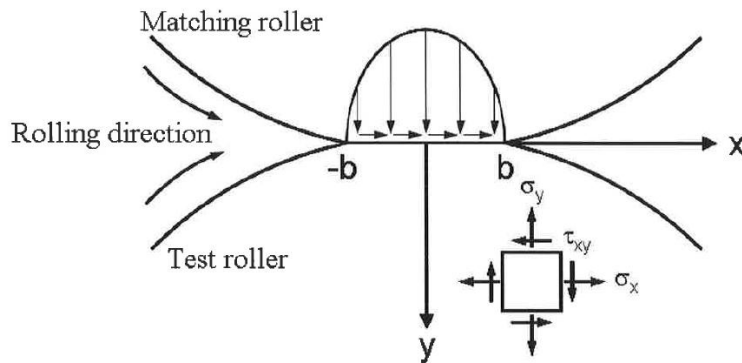


Fig. 6-6 Coordinate system.

6.3 実験結果および考察

6.3.1 気孔率

表面層近傍の気孔分布を **Fig. 6-7** に，気孔率測定結果を **Fig. 6-8** に示す。両素材とも転造によって表面層近傍の気孔が潰され，気孔率が減少している。緻密化の様相は両素材ともほぼ同様で，0～0.5 mm の領域で最も緻密化が進み，0.5～2.0 mm の領域では気孔率はほぼ直線的に上昇しており，2.0 mm 近くの深さで母材の気孔率とほぼ同じ値になっている。素材 A, B 共に，転造による直径減少量が大きくなるほど最表面での気孔率は低下した。直径減少量が 100 μm から 200 μm になると，最表面での気孔率は約 2%まで低下してい

る. また, 素材 A, B を比較すると, 最表面での気孔の潰れ方に違いがある. これは, Fig. 6-9 に示すように, ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉から製造した素材 B のほうが, プレアロイ鋼粉から製造した素材 A よりも強度がわずかに高いために, 気孔が潰れにくかったためと考えられる.

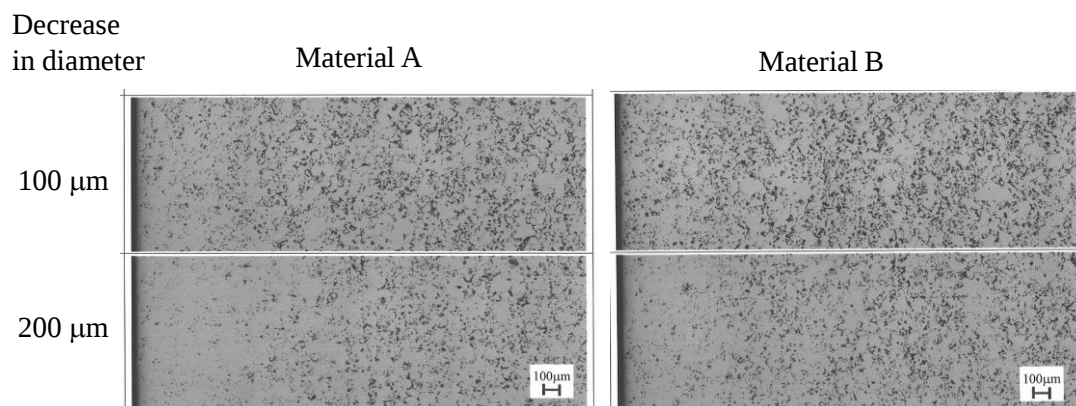


Fig. 6-7 Photographs of surface layer of test roller for measuring porosity.

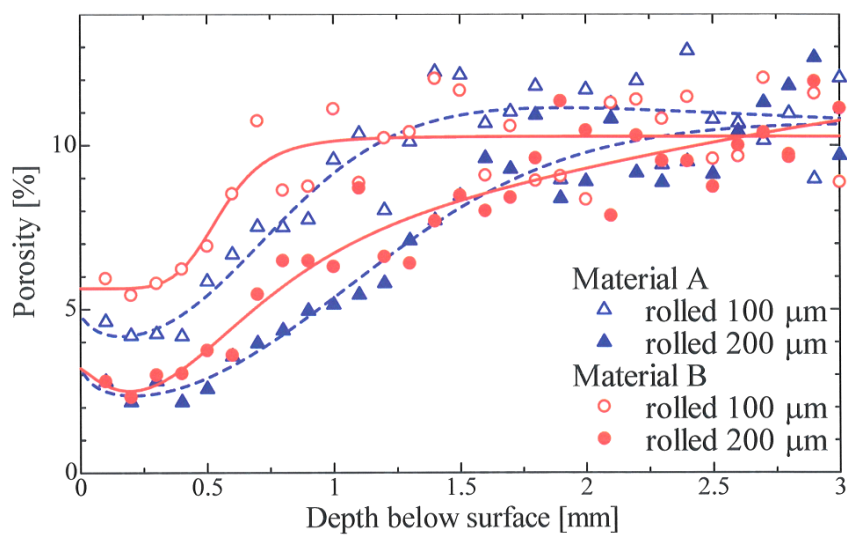


Fig. 6-8 Distribution of porosity in surface layer of test roller.

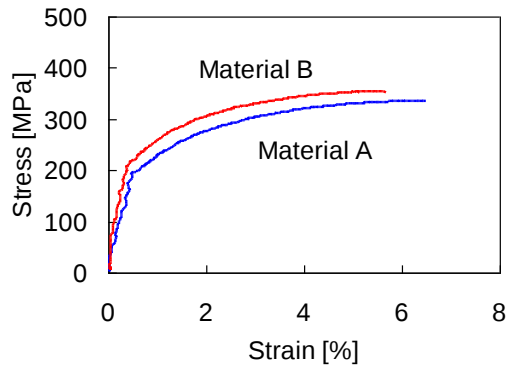


Fig. 6-9 Stress strain curve in tensile test before rolling.

6.3.2 硬度分布

表面から内部に向かっての硬さをマイクロビッカース硬さ試験機により測定した結果を Fig. 6-10 に示す. 溶製材 (SCM415) の浸炭焼入れ後の硬さ分布も比較のため併せて示す. プレアロイ鋼粉から作製した素材 B の有効硬化層深さは, パターン A で 0.25 mm, パターン B で 0.35 mm と, 目標とする深さより浅かった. ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉から作製した素材 B の有効硬化層深さは, パターン A で 0.65 mm, パターン B で 1.45 mm と, ほぼ目標の深さであった. ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉から作製した素材 B のほうが表面の気孔がつぶれにくかったため, 素材内部まで浸炭ガスが侵入し, 浸炭されやすかったためと考えられる.

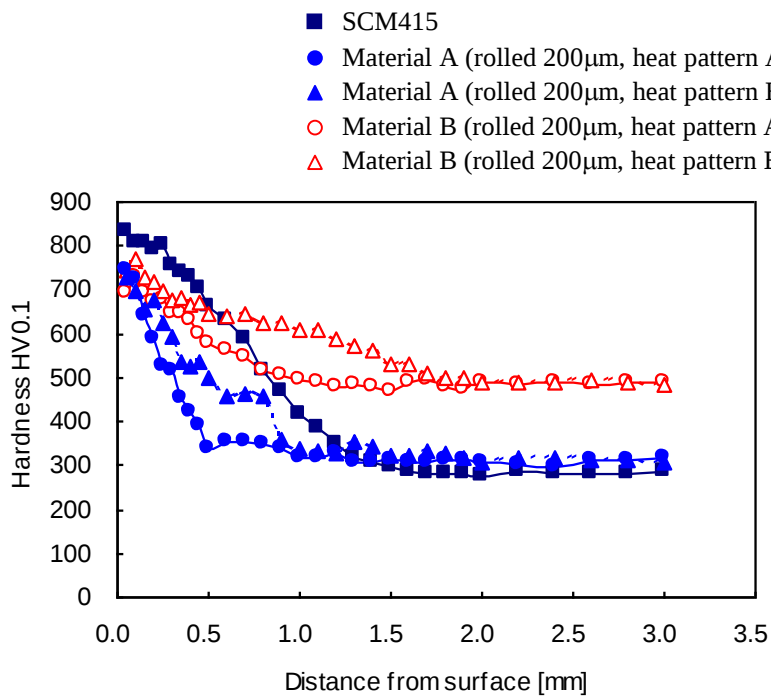


Fig. 6-10 Hardness profile in surface layer of test roller.

6.3.3 面圧疲労強度

面圧疲労試験結果を Fig. 6-11 に示す. プレアロイ鋼粉を用いた素材 A では, ヒートパターン A で 1500 MPa, ヒートパターン B で 1700 MPa となった. ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた素材 B では, ヒートパターン A で 1800 MPa, ヒートパターン B で 2200 MPa となり, 溶製材である SCM415 浸炭焼入れ鋼ローラの疲労強度 (2000 MPa) より高い面圧疲労強度を得ることができた. どちらの素材も有効硬化層深さが深いほうが高い面圧疲労強度が得られている. ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた素材 B の高い面圧疲労強度は, 有効硬化層深さが素材 A や SCM415 よりも深くなったことが原因の一つと考えられる. 最大せん断応力の深さは, 今回の実験範囲では 0.4~0.6 mm と考えられる. したがって, 浸炭条件を変えて有効硬化層深さを増大させたことが, 最大せん断応力が働く領域の硬さを増し, 疲労強度の向上につながったものと考えられる.

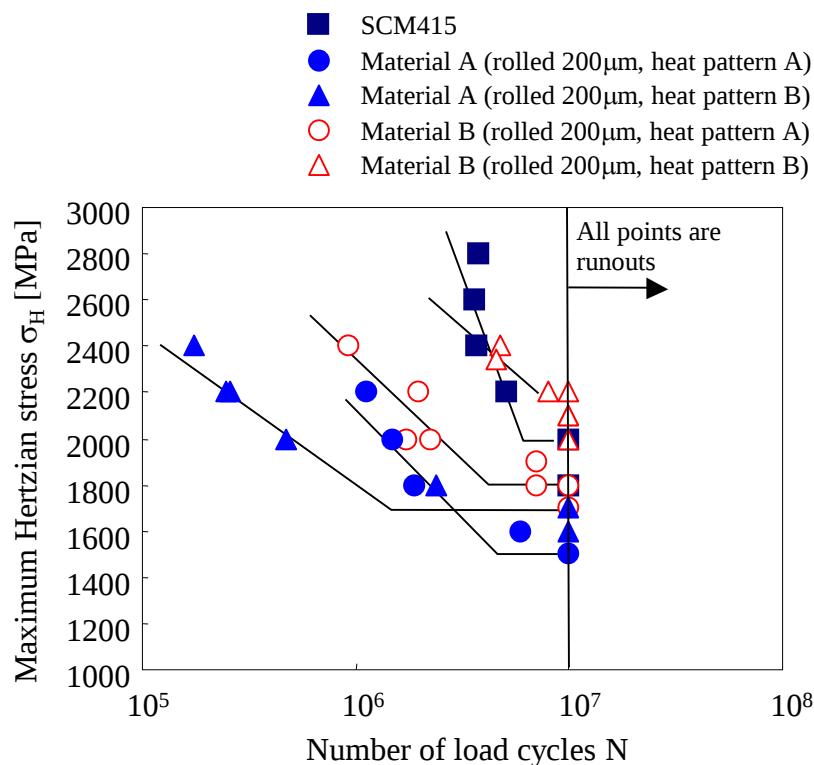


Fig. 6-11 Results of contact fatigue test.

6.3.4 損傷形態

面圧疲労試験後、有効硬化層深さが異なるローラの損傷形態を観察するために、損傷したローラの表面および断面の観察を行った。その一例を Fig. 6-12 に示す。左側は走査型電子顕微鏡にてローラの表面を撮影した写真、右側は光学顕微鏡にて断面を撮影した写真である。破面はローラ表面とほぼ平行であることがわかる。また、ローラ表面下に発生したき裂を詳細に観察した Fig. 6-13 より、き裂は表面層に残存する気孔同士を連結するようにして伝播していることがわかる。このき裂伝播形態は損傷したどのローラから見られた。このことから、き裂はローラ内部で発生し、気孔をつなぐようにして伝播した結果、ローラ表面が大きく剥離するスポーリングに至ったものと考えられた。また Fig. 6-12 の断面写真を比較すると、浸炭焼入れによる有効硬化層深さ 0.6 mm と 1.2 mm のものでは損傷深さが異なることがわかる。その損傷深さを測定すると、それぞれ 0.80 mm, 1.27 mm であった。他の損傷したローラについても同様の傾向がみられた。このように、有効硬化層深さの違いが損傷深さに与える影響は確認できたが、表面層緻密化の違いによる影響はさほど見られなかった。

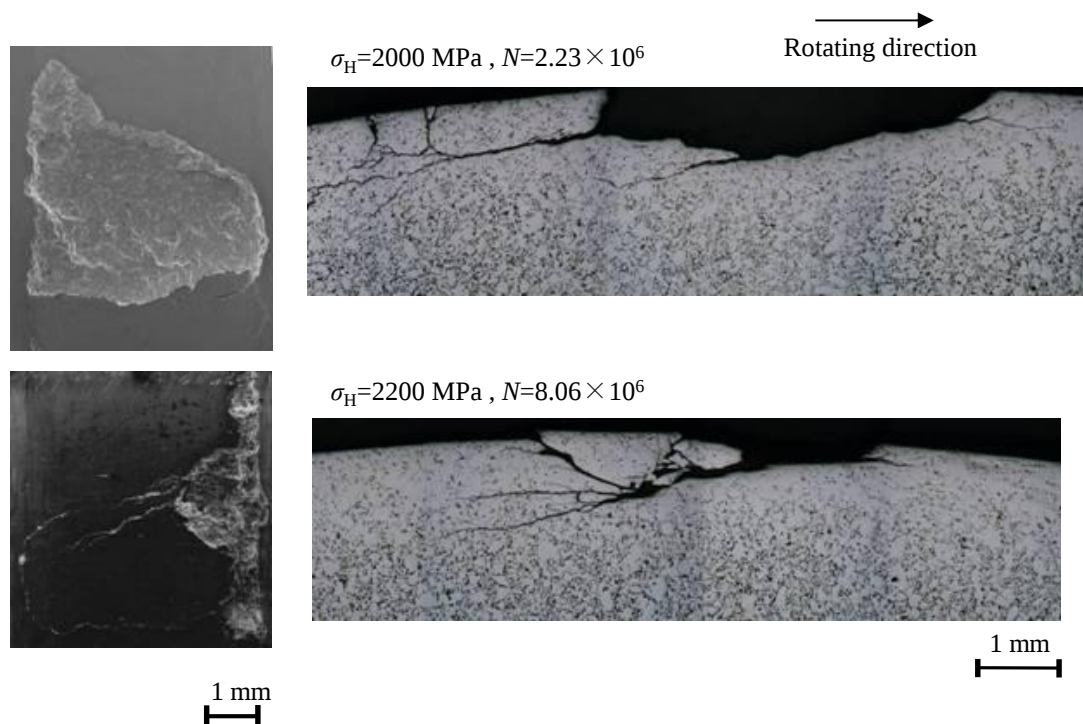


Fig. 6-12 Observation of failed roller.

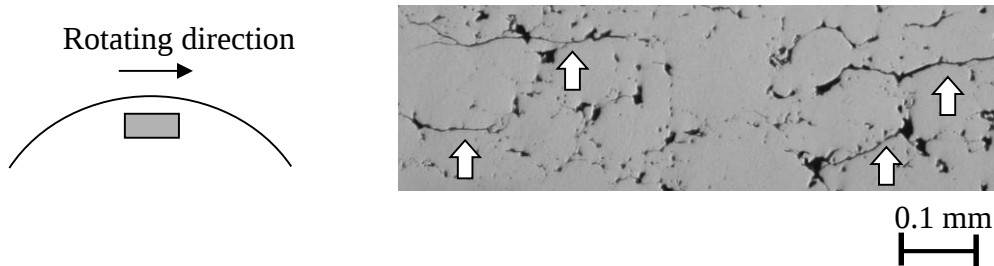


Fig. 6-13 Appearance of crack propagation.

そこで、次に面圧疲労試験中、ローラ表面下に作用する最大せん断応力 $\tau_{\max}$ 分布と、浸炭焼入れによる硬さ分布との関係を比較することで、損傷深さについて考察した。最大せん断応力、硬さ、損傷深さの関係を Fig. 6-14 に示す。有効硬化層深さが 0.6 mm の場合は、最大せん断応力のピークの深さと有効硬化層深さ、さらに損傷深さはほぼ一致している。このことから、有効硬化層深さから硬さが低下し始めるところに最大せん断応力のピーク値が作用し、剥離に至ったと考えられる。一方、有効硬化層深さが 1.2 mm の場合は、最大せん断応力のピークの深さと有効硬化層深さは一致しておらず、損傷深さは有効硬化層深さ近辺である。つまり、有効硬化層深さが 0.6 mm の場合と比較して、最大せん断応力のピークの深さでは高い硬さを保っていることから損傷は生じず、硬さが低下し始める有効硬化層深さ近辺で損傷したと考えられる。このことから、有効硬化層深さを深くする、すなわち、最大せん断応力のピークの深さでの硬さを上昇させることが鉄系焼結合金の面圧疲労強度の向上にも有効であることが示唆された。

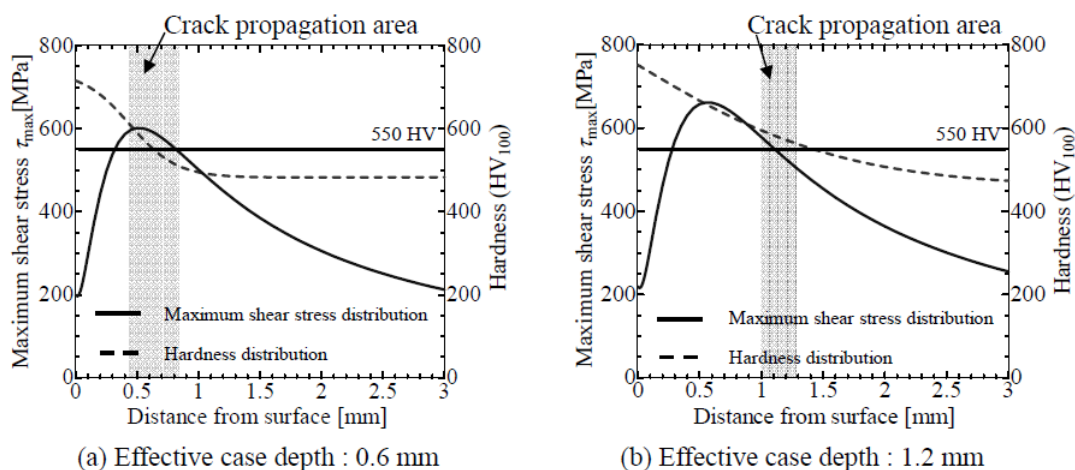


Fig. 6-14 Distribution of maximum shear stress and hardness.

6.4 結言

ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いて作製した鉄系焼結素材に転造加工を施し、その後浸炭焼入れを施したローラの面圧疲労試験を行った結果、以下のような結論が得られた。

(1)ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いて作製した鉄系焼結素材に、転造加工を施し、浸炭焼入れを施したローラについては、有効硬化層深さ 1.2 mm で 2200 MPa と、溶製材の SCM415 浸炭焼入れ鋼ローラ(2000 MPa)より高い疲労強度を得ることができた。

(2)面圧疲労試験中にローラ内部に発生する最大せん断応力分布と、浸炭焼入れによる硬さ分布の関係から、有効硬化層深さを最大せん断応力のピークの深さよりも深くすることにより、面圧疲労強度が上昇することが示唆された。

参考文献

- 1) P. Skoglund, M. Kejzelman and I. Hauer: High Density PM Components by High Velocity Compaction, Powder Metallurgy 44 (2001) 199–201.
- 2) T. Koide, S. Oda, H. Nakamura and M. Onishi: Effect of Sintering process and Rolling on Surface Durability of Sintered Metal Gears, Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng., C, 66 (2000) 2383–2387.
- 3) S.Unami and H.Miura: Improvement of Contact Fatigue Strength by Rolling of Sintered Compacts made of Mo Hybrid Alloyed Steel Powder, Proceedings of the 2012 Powder Metallurgy World Congress & Exhibition, CD-ROM, 2012
- 4) J. O. Smith and C. K. Liu, U. Ill: Stresses Due to Tangential and Normal Loads on an Elastic Solid With Application to Some Contact Stress Problems, Transactions of ASME, J. of Applied Mechanics, 20 (1953) 157–166.

第7章 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた焼結歯車の歯元転造加工による歯元曲げ疲労強度の向上

7.1 本章の目的

ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いて溶製材に匹敵する疲労強度を有する歯車を実現することを目的に、歯車形状への転造の適用を検討した。歯車の表面を転造により緻密化することで、歯元曲げ疲労強度と面圧疲労強度が改善できることが既に報告されている[1-5]。本研究では特に歯元部分の緻密化を促進するため、2 種類の加工条件を導入した。一つは工具の正回転と逆回転の両方を行う逆回転転造方法であり、もう一つは、ホブ切りの際に切り込みを浅くして正転位させた歯型の焼結歯車を用意し、これを標準歯型工具により転造加工し、実質の転造加工量を増加させる転造方法を検討した[6]。

本章では、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いて作製した焼結合金素材に上述の改良した転造工法を適用した歯車の緻密化特性および転造後浸炭熱処理した歯車の歯元曲げ疲労強度について述べる。

7.2 試料および実験方法

7.2.1 試料

本実験で用いた原料粉末の組成を **Table 7-1** に示す。原料粉末として、0.45mass%Mo プレアロイ合金鋼粉の表面に 0.15mass%の Mo を拡散付着させたハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた。原料粉末に黒鉛粉を混合した後 706 MPa にてプレス成形、N₂ ガス雰囲気中で焼結 (1250°C, 60 min) し、円盤状試験片を作製した。焼結材の特性を **Table 7-2** に示す。焼結体の密度は 7.18 Mg/m³、気孔率は 7.7%となった。この円盤状焼結体のブランク材を削りだした後、無修正歯形ホブによるホブ切りを行い、**Fig. 7-1** に示すようなモジュール 3、歯数 26 の標準平歯車を作製した。歯車の諸元も併せて示す。ホブ切りの際に正転位を加えた転位歯車(転位量:500 μm)も作製し、これら 2 種類の試料に転造加工を施した。

Table 7-1 Chemical composition of powder used.

Compositions[mass%]			
Prealloyed			Partially alloyed
Fe	Mo	Mn	Mo
Bal.	0.45	0.20	0.15

Table 7-2 Properties of PM material.

Carbon content [mass%]	Density [Mg/m ³]	Porosity [%]	Young's modulus [GPa]	Hardness [HRB]
0.20	7.18	7.7	157	50.3



Module [mm]	m	3
Pressure angle [deg]	α	20
Number of teeth	z	26
Face width [mm]	b	10

Fig. 7-1 Shape and dimensions of spur gear.

7.2.2 転造方法

軸交差式転造盤を用い、標準平歯車と転位歯車に転造加工を施した。Fig. 7-2 に示すように、ねじ状の工具をワークに押し当て、転造加工を施す。基本的な加工条件として、工具の半径方向押し込み量は 1 回の転造工程で $100 \mu\text{m}$ 、工具回転数 100 min^{-1} 、送り速度 $50 \mu\text{m/s}$ で一定とした。潤滑油には鋼板用プレス加工油(出光興産(株)冷間圧延用鋁油ダフニープレスドローLF7)を用いた。転造の押し込み量はいずれの場合も $700 \mu\text{m}$ とした。ここで、加工時にねじ状工具の噛み込む駆動側となる歯面はドリブン、反対の連れ回り従動側歯面はフォローと定義されるが[6]、通常行われる転造では工具の正回転のみが行われている[3-5]。この方法ではドリブン側とフォロー側で緻密化の度合いに差異が発生する。今回の実験ではこの差異を解消するため、一つの試料に対し工具の正回転と逆回転の両方の加工を施したものも用意した。以降、標準歯車に対して正回転のみを施した試料を 700rolled と表記し、正回転と逆回転の両方の転造を施した試料を 700reverse と表記する。また、転位歯車に対しても $700 \mu\text{m}$ の押し込み量で試料を作製した。転位分の $500 \mu\text{m}$ を合わせ、以降このサンプルを -500_700 と表記する。転造後、歯の部分を取り出し、光学顕微鏡写真を撮影後、これを画像解析することにより Hofer の 30° 接線付近において表面から 3.0 mm の深さまで気孔率分布を測定した。

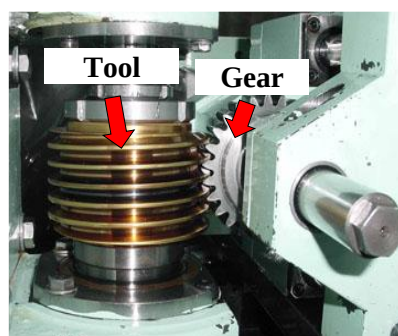


Fig. 7-2 CNC form rolling machine of axis intersection type.

7.2.3 浸炭熱処理

転造により歯車表面を緻密化した後、Fig. 7-3 に示す条件で浸炭熱処理（浸炭焼入れ焼もどし）を施し、熱処理前後での組織観察および硬度測定を行った。なお、組織観察は歯車断面を研磨後、3%ナイトール溶液でエッチングし、光学顕微鏡を用いて行った。硬度測定はマイクロビッカース硬度試験機を用いて行い、歯元部分の表面からの深さ 0.1 mm 毎に 3～5 ヶ所を測定し、その平均値をとった。

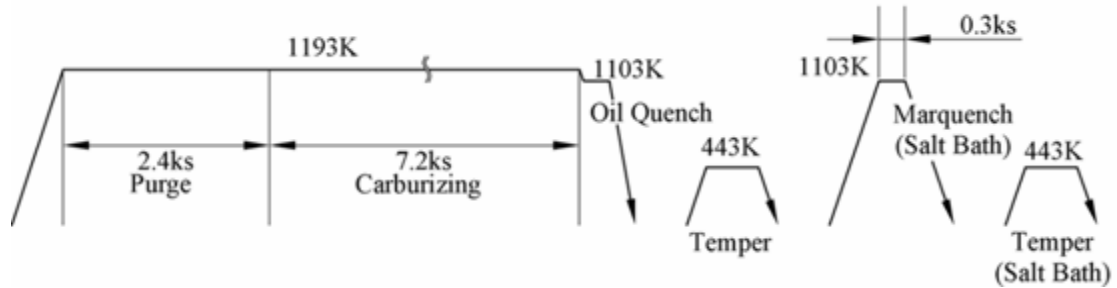


Fig. 7-3 Heat pattern of case hardening.

7.2.4 歯元曲げ疲労試験

浸炭熱処理後の歯車に対して、Fig. 7-4 に示す歯元曲げ疲労試験機を用いて、歯元曲げ疲労試験を行った。この試験は日本歯車工業会規格(JGMA4101-01)に準拠した方法であり、具体的な試験条件を併せて示す。試験荷重は ISO6336-3 に基づいて、ホブ切り後の理論歯形で歯元応力を算出して評価した。歯元曲げ応力 σ_t の算出式を式(7-1)に示す。Table 7-3 に示すパラメータを用いた。 θ 、 h は、Fig. 7-5 に示すように、治具との位置関係から求めた。

転造後に素材の歯形は変化するが、転造後の歯形から各パラメータを求めることが困難であるため、本実験では、ホブ切り後の理論歯形で歯元応力を算出した。

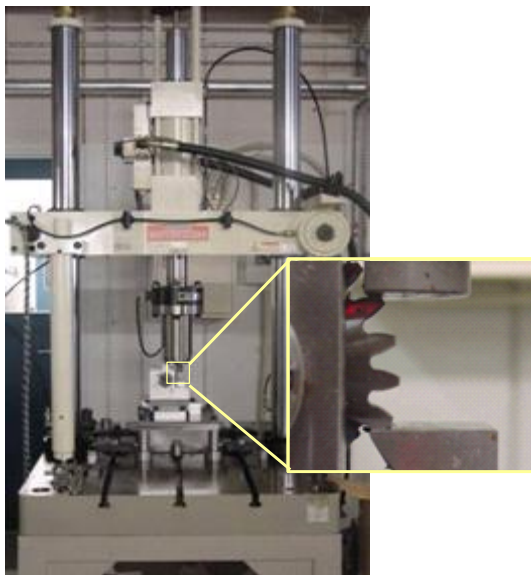
$$\sigma_t = \frac{F \cdot Y_{Fa} \cdot Y_{Sa}}{m \cdot b} \quad (7-1)$$

ただし、

$$Y_{Fa} = \frac{6(h/m) \cos \theta}{(s/m)^2 \cos \alpha}$$

$$Y_{Sa} = (1.2 + 1.13s/h) q_s^{(1.2 + 2.3h/s)^{-1}}$$

$$q_s = \frac{s}{2\rho}$$



Number of Stride Teeth	4
Loading Position	1.0mm from Tooth Tip
Wave Pattern	Sine Wave
Vibration Frequency	30Hz
Minimum Load (Pre-loading)	0.5% of Maximum Load
Spoilage Determination	Breakage
Close-out Cycle	3×10^6

Fig. 7-4 Tooth root bending fatigue test machine.

Table 7-3 Parameter to calculate tooth bending stress.

Module m [mm]	3
Pressure angle $\bar{\alpha}$ [deg]	20
Face width b [mm]	10
Tooth thickness at critical region s [mm]	6.073
Pressure angle at load point θ [deg]	24.748
Curvature at critical region ρ [mm]	1.586
Distance of load point from critical region h [mm]	4.612
Y_{Fa}	2.176
Y_{Sa}	1.708
q	1.914

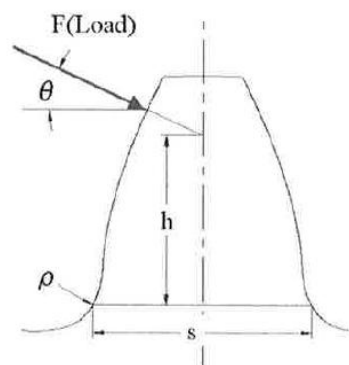


Fig. 7-5 Drawing to calculate tooth root bending stress.

7.3 実験結果および考察

7.3.1 表面緻密化特性

Hofer の 30° 接線付近における歯車表面からの気孔率分布を Fig. 7-6 に示す. まず, 700rolled と 700reverse とを比較すると, 気孔率が 2%以下となる緻密化深さはそれぞれ 0.4 mm, 0.5 mm となっている. また, 約 2.0 mm 深さまでの気孔率を見ても, 両者には 1%程度の違いがあり, 正逆両方の転造を施すことは, ドリブン・フォロワでの非対称の改善のみならず, 歯元における緻密化についても効果的なことがわかる. 次に, -500_700 の結果を見ると, 緻密化深さは 0.7 mm まで深くなっている. 浅くホブ切りを行った, いわゆる正転位歯車に転造加工を施すことにより緻密化が進行しており, 予想通りの効果が得られていることが確認できる.

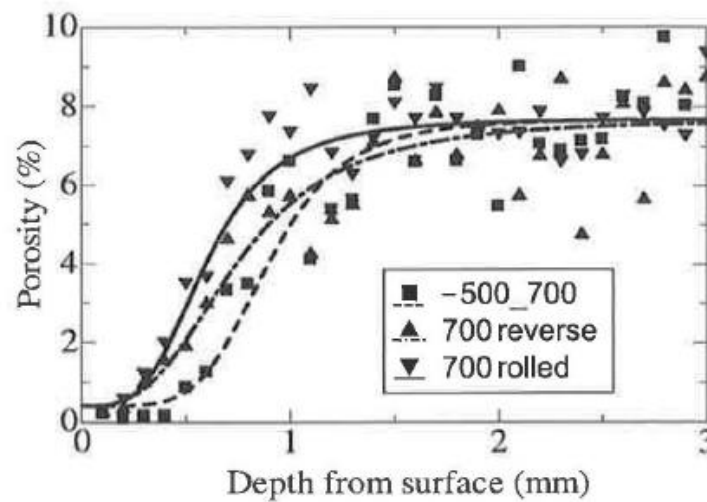


Fig. 7-6 Distribution of porosity in surface layer of gears.

7.3.2 組織および硬度分布

浸炭熱処理後の組織写真を Fig. 7-7 に示す. 浸炭層では焼もどしマルテンサイト, 内部では素材の初期組織であるフェライトとパーライトの組織が観察された. また, 浸炭熱処理後の硬度分布を Fig. 7-8 に示す. 最表層部はセメントタイトの析出のため, 900HV 以上の高い硬度を示している. 550HV 以上となる有効硬化層深さは, 未転造, 700reverse, -500_700 のいずれの試料においても 0.6 mm 程度となっており, 比較材の溶製材である SCM415 と近い値を示した. また, 芯部硬度に関しても SCM415 と近い 230~350 HV となっている.

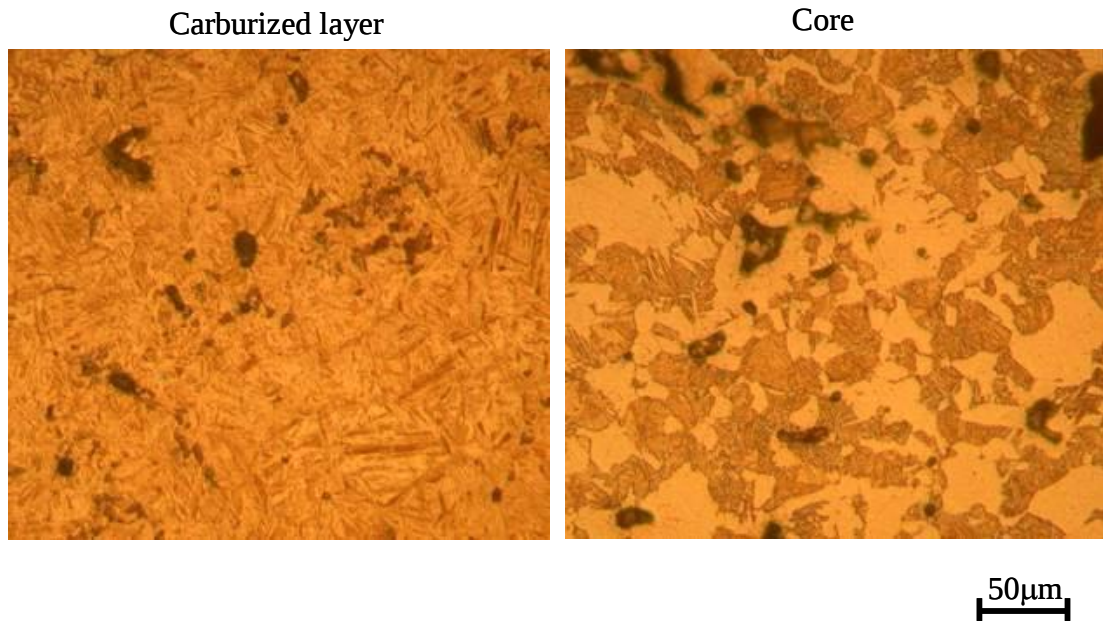


Fig. 7-7 Microstructures of carburized layers and core in gears.

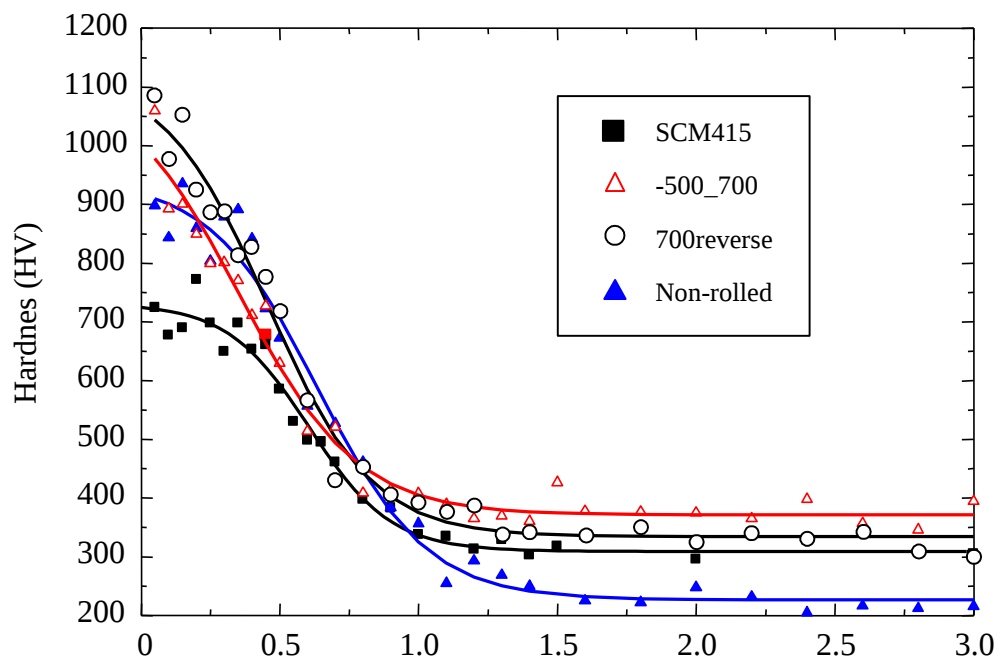


Fig. 7-8 Relationships between the distance from surface at tooth root and the hardness after carburizing.

7.3.3 歯元曲げ疲労強度

浸炭熱処理後の試料に対して歯元曲げ疲労試験を行った結果を Fig. 7-9 に示す. 比較材の SCM415 溶製材のデータも併示してある. 歯元曲げ疲労強度は, 未転造のもので 1000 MPa であった. 正逆の転造加工を施した 700reverse の場合, 疲労強度は 1050 MPa となり, わずかであるが上昇した. 正逆の転造加工による歯元部の緻密化が歯元曲げ疲労強度の上昇に寄与したものと考えられる. 次に, さらに正転位歯車に転造加工を施し緻密化した -500_700 の試料は, 疲労強度が 1250 MPa という結果が得られ, SCM415 の歯元曲げ疲労強度 1500 MPa の約 83%を達成した. これは P/M 歯車としては従来よりも高い水準にあり, さらに押し込み量の最適化を行うことで, さらなる高強度の焼結転造歯車が作製できるものと期待される.

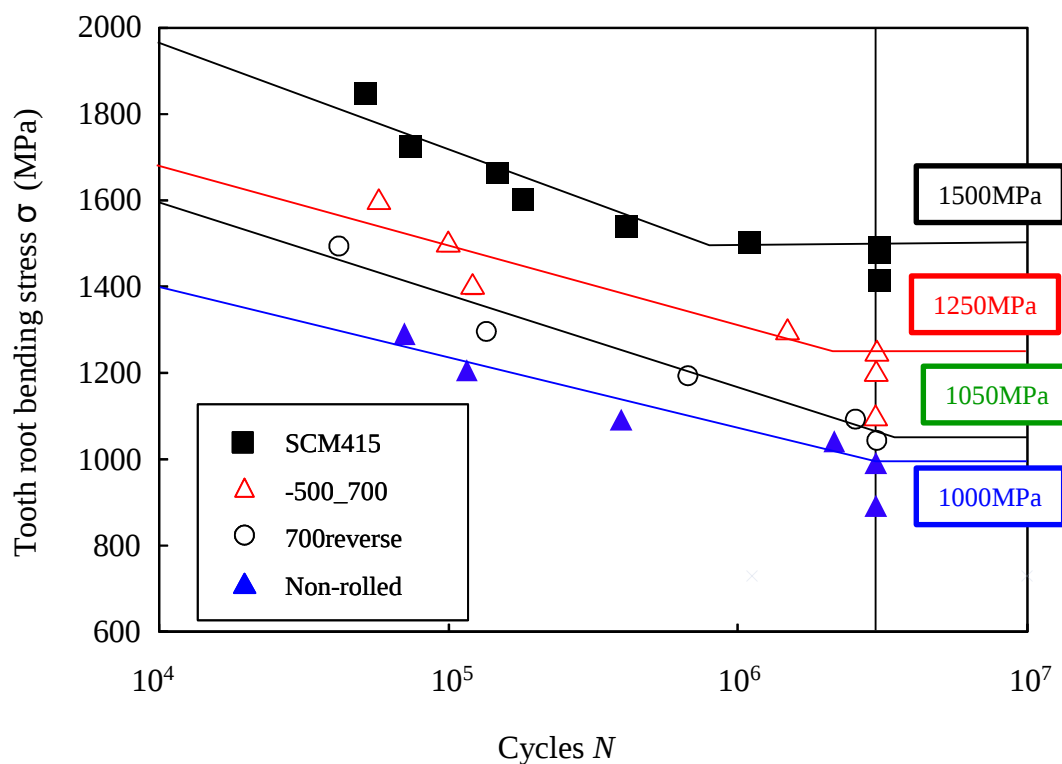


Fig. 7-9 Tooth root bending fatigue test results.

7.4 結言

ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いて作製した鉄系焼結合金歯車に種々の転造を施し, 浸炭焼入後の歯元曲げ疲労強度試験を行った結果, 以下の結論が得られた.

- (1)軸交差式転造において正回転と逆回転の両方を用いることで歯元部の緻密化が進行した.
- (2)正転位歯車に転造加工を施すことによっても, 歯元部の緻密化が進行した.

(3)転造方法の改良により歯元曲げ疲労強度を改善することができた。特に正転位歯車を用いて転造を行うことにより、歯元曲げ疲労強度で 1250 MPa という高い値が得られ、SCM415 の約 83%の歯元曲げ疲労強度が達成された。

参考文献

- 1) T. Takemasu, T. Ozaki, and K. Yano: Finish Rolling of Sintered Fe Alloy Gears Using Screw-Shaped Tool (1st Report, Rolling Experiments by Standard Screw-Shaped Tool), Trans. Jpn. Soc. of Mech. Eng., Series C, 57-539 (1991) 2395-2399
- 2) T. Takemasu, T. Ozaki, and R. Matsunaga: Crowning Process of P/M Gears for Automotive Transmissions by Finish Rolling Using Screw-Shaped Tool, J SME Int. J., Series A, 46 (2003) 196-201
- 3) T. Takemasu, H. Miura, Y. Nii, T. Koide and T. Ozaki: Finish Form Rolling of Sintered Fe Alloy Gears Using Screw-Shaped Tool, J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, Vol. 53, No. 9 (2006) 718-724.
- 4) T. Takemasu, H. Miura, and K. Komoto: Development of High Precision and Strength Sintered Ferrous Alloy Gear by Rolling 1st Report-Numerical Tooth Profile Analysis in Finish P/M Gear Rolling Process Using Screw-Shaped Tool, J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, Vol. 56, No. 6 (2009) 330-335.
- 5) H. Miura, T. Takemasu, K. Komoto, S. Hamamoto, and S. Unami: Development of High Precision and Strength Sintered Ferrous Alloy Gear by Rolling -2nd Report-Rolling Characteristics of Sintered Ferrous Alloy Gear by Modified Tools, J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, Vol. 56, No. 6 (2009) 336-343.
- 6) 宇波繁, 合志拓也, 工藤健太郎, 津守不二夫, 姜賢求, 三浦秀士:Mo 添加鉄系焼結合金歯車の歯元転造加工による表面緻密化および高強度化, 粉体および粉末冶金, Vol. 58, No. 11 (2011) 692-696.
- 7) K. Ohwada: Roll Forming of Transmission Gears (Part 11), J. Jpn. Soc. Prec. Eng., 36・422 (1970) 161-166.

第8章 総括

本研究は、高性能（高強度，高疲労強度）な鉄系焼結部品を実現するため，新規な高密度成形工法である温間金型潤滑成形法の開発，焼結性に優れる新規な合金鋼粉であるハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の開発，および溶製材に匹敵するレベルまで疲労強度を高められる転造工法の適用について，検討を行った．

以下，得られた結論を総括する．

8.1 高密度成形工法の開発

潤滑剤添加量を低減したプレミックス粉を用いることにより，高密度化が可能な温間金型潤滑成形法を開発し，温間金型潤滑成形法により作製した高密度焼結体の密度，機械的特性を調べ，以下の結果を得た．

(1) 潤滑剤噴射量の変動を抑えた金型潤滑剤塗布装置を開発することにより，潤滑剤の噴射量の変動を従来装置の 1/4 まで低減することができた．

(2) Fe-4mass%Ni-1.5mass%Cu-0.5mass%Mo 拡散合金鋼粉を原料粉とし，内部潤滑剤量を 0.2mass%まで低減した混合粉を用いて温間金型潤滑成形した場合，常温成形法の場合に比べ約 0.2 Mg/m³ 向上し，成形圧力 686 MPa で 7.4 Mg/m³ の高い圧粉密度が得られた．

(3) Fe-2mass%Ni-1mass%Mo 拡散合金鋼粉を原料粉とした内部潤滑剤量を 0.2mass%まで低減した混合粉では，温間金型潤滑成形法による圧粉密度 7.4 Mg/m³，さらに焼結浸炭熱処理後では，焼結密度 7.5 Mg/m³，面圧疲労強度 4.4 GPa という優れた特性が得られた．

8.2 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の開発

Mo 系プレアロイ鋼粉表面に Mo を拡散付着させた高疲労強度焼結部品用ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を開発した．ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用い，温間金型潤滑成形法を適用した焼結・浸炭熱処理材特性および焼結挙動を調べた．得られた主な結果を以下に示す．

(1) ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用い，温間金型潤滑成形法を適用した焼結・浸炭熱処理材の面圧疲労強度は，Mo プレアロイ鋼粉より 1 GPa 程度高い値が得られ，3.9 GPa の面圧疲労強度が得られた．

(2) ハイブリッド型 Mo 合金鋼粉を用いた焼結材の高面圧疲労強度は，温間金型潤滑成形法による高密度化に加え，Mo プレアロイ鋼粉に比べ，気孔が微細化したこと，かつ，気孔周囲への Mo の濃化により焼結ネックが強化されたため，疲労き裂の発生および伝播を抑制したことに起因するものと考えられる．

(3) ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結機構は，粒子表面の Mo 濃化部に起因する表面拡散が支配的と考えられるため，収縮量はそれほど大きくなり，ネックの成長により気孔が微細化したものと考えられる．

(4) ハイブリッド型 Mo 合金鋼粉を実部品のエンジンスプロケットに適用した．高温・長時間で

焼結した従来材 Fe-0.6%Mo プレアロイ鋼粉と比較し、焼結温度を 20℃低下、焼結時間を 50%低減した低温・短時間の一般的な焼結条件でも、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉は、同等以上の疲労強度を示した。

8.3 転造工法の適用

ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いて作製した鉄系焼結合金歯車の面圧疲労強度の向上に向けて、転造加工後に浸炭焼入れを施したローラの面圧疲労試験を行った結果、および鉄系焼結合金歯車に種々の転造を施し、浸炭焼入れ後の歯元曲げ疲労強度試験を行った結果、以下のような結論が得られた。

(1) 転造加工を施すことで、鉄系焼結合金ローラの面圧疲労強度は上昇した。さらに浸炭焼入れを施したローラについては、有効硬化層深さ 0.6 mm で 1700 MPa、有効硬化層深さ 1.2 mm で 2200 MPa と、溶製材の SCM415 浸炭焼入れ鋼ローラ(2000 MPa)より高い疲労強度を得ることができた。

(2) 面圧疲労試験中にローラ内部に発生する最大せん断応力分布と、浸炭焼入れによる硬さ分布の関係から、有効硬化層深さを最大せん断応力のピークの深さよりも深くすることで、面圧疲労強度の上昇に寄与することが確認された。

(3) 軸交差式転造において正回転と逆回転の両方を用いることで歯元部の緻密化が進行した。

(4) 正転位歯車に転造加工を施すことによっても、歯元部の緻密化が進行した。

(5) 転造方法の改良により歯元曲げ疲労強度を改善することができた。特に正転位歯車を用いて転造を行うことにより、歯元曲げ疲労強度で 1250 MPa という高い値が得られ、SCM415 の約 83%の歯元曲げ疲労強度が達成された。

以上の研究によって、新規な高密度成形法である温間金型潤滑成形法、新規な合金鋼粉であるハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を開発した。また、転造工法の適用により、溶製材に匹敵する高性能の歯車が得られた。

今回、開発したハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉は、自動車エンジンプロケット等に採用され(30 t/月)、使用する焼結部品メーカーにおける製品の特性の安定化とともに、生産性向上にも寄与している。さらに、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉に転造工法を適用することにより、溶製材に匹敵する高性能の歯車の製造の可能性が示され、鉄系焼結材料の競争力を高め、粉末冶金業界が発展するための技術的・学術的支援となるものである。

謝辞

本研究を遂行するにあたり、九州大学大学院工学研究院機械工学部門 三浦秀士教授に多大なる御助言と御指導を賜りました。また、九州大学大学院工学研究院材料工学部門 古君修教授、機械工学部門 黒河周平教授には、本論文の完成に有益な御教示、御助言をいただきました。ここに厚く御礼申し上げます。

本研究は、川崎製鉄株式会社(現 JFE スチール株式会社)技術研究所および JFE スチール株式会社スチール研究所において主に遂行したものであり、研究を論文としてまとめる機会を与えていただいたスチール研究所 曾谷保博所長、瀬戸一洋副所長に深甚なる感謝の意を表します。

終始多大な御支援と御理解を頂きました JFE スチール株式会社スチール研究所鉄粉・磁性材料研究部 元部長 高野茂博士、故上ノ菌聡博士、峰岸俊幸氏、現部長 尾崎由紀子博士に深く感謝の意を表します。

さらに、本研究に関する実験および解析の実施にあたり、多大なる協力を賜りました JFE スチール株式会社スチール研究所鉄粉・磁性材料研究部の研究員の皆様、技術員の皆様に心より感謝いたします。