研 究

転造加工を施した焼結鋼の抵抗率と比透磁率分布

水野 勉^{☆1}, 安里 優一^{☆1}, 北村 善紀^{☆1}, 後藤 聖^{☆1}, 渡辺 隆志^{☆1}, 竹増 光家^{☆2},
新仏 利仲^{☆3}, 天野 秀一^{☆3}, 吉川 紘^{☆3}, 須田 敦^{☆3}

^{☆1} 信州大学工学部電気電子工学科, 〒 380-8553 長野市若里 4-17-1.

^{☆2} 諏訪東京理科大学システム工学部機械システム工学科, 〒 391-0292 茅野市豊平 5000-1.

^{☆3} (株)ニッセー, 〒 409-0502 大月市富浜町鳥沢 2022.

Distributions of Resistivity and Relative Permeability in Surface Rolled Sintered Steel

Tsutomu Mizuno^{☆1}, Yuichi Asato^{☆1}, Yoshinori Kitamura^{☆1}, Sho Goto^{☆1}, Takashi Watanabe^{☆1},
Teruie Takemasu^{☆2}, Toshinaka Shinbutsu^{☆3}, Shuichi Amano^{☆3},
Hiroshi Yoshikawa^{☆3} and Atsushi Suda^{☆3}

^{☆1} Electrical and Electronic Engineering, Faculty of Engineering, Shinshu University, 4-17-1 Wakasato, Nagano 380-8553, Japan.

^{☆2} Department of Mechanical Systems Engineering, Faculty of Systems Engineering, Tokyo University of Science, Suwa,
5000-1 Toyohira, Chino 391-0213, Japan.

^{☆3} Nissei Co., Ltd., 2022 Torisawa, Tomihama-machi, Otsuki 409-0502, Japan.

Received December 15, 2011

SYNOPSIS

Surface rolled sintered gears are expected to be used in automobiles. For commercialization of them, a reliable and efficient in-line inspection after rolling is inevitable. The authors have been proposing an eddy current inspection for PM components as a non-destructive, efficient method to be installed in-line. The eddy current depends on the resistivity and the relative permeability of the material to be measured. While those of sintered bodies will be changed by surface rolling as it will accompany with both the densification and the residual stress. In order to use the eddy current method as the inspection of the surface rolled sintered gear, distributions of the resistivity, the relative permeability along with the porosity of the Fe-1.5 Cr-0.2 Mo-0.23 C alloy having 4 different densities, 7.0, 7.25, 7.5 and 7.6, were measured and analyzed.

KEY WORDS

sintered steel, form rolling, eddy current, resistivity, relative permeability

1 まえがき

転造加工した焼結歯車は材料の無駄がなく安価に大量生産できる¹⁾。そのために、自動車トランスミッション用歯車として期待されている^{2,3)}。しかし、転造が不十分であると強度が低下する⁴⁾、過度な転造を施すとヒビや剥離が生じやすい、などの問題があり、焼結歯車の良否判定が望まれている。

従来、焼結転造体の良否判定をするためには、(1)歯車を切断する破壊検査、(2)超音波、X線回析などを用いた非破壊検査が用いられている^{5,6)}。しかし、上記(1)の方法は破壊検査方法であるために、全ての歯車の良否判定は不可能である。また、上記(2)の方法は高価な測定機器を用いる、測定に時間を要する、などの問題がある。転造加工によって表面からの深さ約 2.5 mm までの領域の気孔が潰されることが明らかになっており⁷⁾、表面からの深さ 1 mm 以上の非破壊検査が可能な良否判定方法が要求されている。

そこで、著者らは渦電流非破壊検査を用いた転造加工した焼結歯車の良否判定を提案している^{8,9)}。渦電流非破壊検査は測定対象を非破壊かつ短時間で測定が可能である¹⁰⁾。そのために、歯車の歯の全数検査が可能であり、インラインでの良否判定ができる。さらに、励振周波数を調節することでミリオーダーの深さまで非破壊検査が可能である。

渦電流非破壊検査における渦電流は測定対象の抵抗率および比透磁率に依存する¹⁰⁾。磁性材料は残留応力や気孔率に依存して抵抗率と比透磁率の両者ともに変化することが知られている¹¹⁻¹³⁾。また、軟磁性材用として使用されている、純鉄系、Fe-P系、Fe-Si系、45パーマロイなどは、比透磁率の気孔率依存性が知られている¹⁴⁾。しかし、自動車のトランスミッション用歯車の材料として用いることが期待されている焼結材における、残留応力や気孔率に依存する抵抗率および比透磁率は知られていない。渦電流非破壊検査のために、こ

これらの特性を知ることができれば、非破壊検査の精度が向上する、測定速度の向上によるインラインテスト方法の開発に繋がる。さらに、転造シミュレーションの実証方法の一つとしての渦電流非破壊検査の活用が期待できる。

そこで本論文では、焼結転造体の表面からの深さに依存する気孔率、残留応力、抵抗率、比透磁率について述べる。さらに、残留応力に依存する気孔率、抵抗率、比透磁率について考察する。

本論文では以下の事項について述べる。

- (1) 表面からの深さに依存する気孔率、残留応力、抵抗率、比透磁率
- (2) 残留応力に依存する気孔率、抵抗率、比透磁率

2 測定試料および測定方法

2.1 測定試料

測定試料にはヘガネス AB 社が開発した 1.5Cr-0.2Mo 焼結合金鋼の焼結素材を用いた。Table 1 に焼結素材の化学的構成、Table 2 に気孔率、密度、硬さの特性をそれぞれ示した。いずれの素材も同じ Fe-1.5Cr-0.2Mo (mass%) の完全合金化粉に 0.23 mass% の黒鉛を添加した原料粉末 (ヘガネス AB 社製) から、1 回圧縮 1 回焼結の工程 (成形プレス圧力と焼結温度は異なる) により円盤状に成形した。加工硬化を抑え、転造による表面層緻密化特性を改善するために、素材の炭素含有量は低く設定した。

それらの円盤状素材から削り出して作られた、焼結転造体の形状寸法を Fig. 1 に示した。本論文では(株)ニッセー製の 2 ロードダイス回転軸移動式数値制御成形転造盤 FA-20/CNC を用いて転造実験した。焼結転造体が 2 つの丸ダイス工具 (以降、工具と略記) に挟まれて転がりすべり接触しながら表面

転造されている。加工は両工具軸を同期回転させながら、軸は固定で、片側のみを一定速度で素材に対して半径方向に押し込んだ。この工具押し込み量が設定値に達した後、規定時間その状態を保持 (ドウェル運転と呼ぶ) して終了させた。また工具押し込み量は表面からの深さ 0.5 mm までの気孔が十分に潰されるように設定した⁷⁾。なお潤滑剤には出光興産(株)製の汎用プレス油 LF-7 を用いた。

2.2 測定方法

Fig. 1 に示したように、厚さ 0.2 mm ごとに放電加工によって抵抗率測定用試料、比透磁率測定用試料を作製した。拡大図に示した気孔率測定試料は、原点 O と対称な位置においても

Table 1 Chemical composition (wt%) of PM materials.

Product name	C	Ni	Mo	Cr	Cu	Fe
Astaloy CrL	0.23	—	0.20	1.50	—	Bal.

Table 2 Comparison of PM material characteristics.

Material number	Product name	Core density (g/cm ³)	Porosity (%)	Hardness (HRB)
As-7.00	Astaloy	7.00	10.3	30
As-7.25		7.25	7.1	45
Hi-7.50	CrL	7.50	3.8	59
Hi-7.60	Hipaloy	7.60	3.2	68

Fig. 1 Specimens for porosity, resistivity and relative permeability (unit: mm).

切り出した。すなわち、気孔率測定試料は計2個、抵抗率測定試料と比透磁率測定試料はそれぞれ計10個である。なお、気孔率測定試料は樹脂埋めて、専用の電解研磨装置を用いて研磨した。研磨により閉塞した気孔の復元は、そのエッジ部分を選択的に溶解できるよう電流密度を調整した。

2.2.1 気孔率 P -表面からの深さ d 特性

レーザ顕微鏡 (OLYMPUS, OLS-4000) を用いて表面からの深さ d に依存する気孔を観察した。顕微鏡観察倍率の決定については、焦点深度と倍率を変えて、最適な組み合わせを選んだ。画像処理を用いた気孔率の計算は、組織観察領域の断面写真を二値化処理し、黒と判定された画素を気孔として、その部分の面積率を各深さで求めることにより行った。すなわち、Fig. 2 (a) に示したように 0.1×2.56 mm の抽出範囲面積 A_t と気孔の総面積 A_v を用いて気孔率 P を次式より算出した。

$$P = \frac{A_v}{A_t} \times 100 \quad (\%) \quad (1)$$

2.2.2 応力 σ -表面からの深さ d 特性

Fig. 1 に示した焼結転造体と同一条件で作製した焼結転造体を 0.2 mm ごとに電解エッチングを施して、軸方向の応力 σ_a 、円周方向の応力 σ_θ をそれぞれ測定した。なお、測定にはX線応力測定装置 (リガク製PSPC-MSF-3M) を用いた。

2.2.3 抵抗率 ρ -表面からの深さ d 特性

デジタルナノボルト・マイクロオームメータ (Agilent, AG34420A) を用いて試料の長さ l における抵抗 R を測定した。その結果を用いて抵抗率 ρ を下式より求めた。

$$\rho = R \frac{A}{l} \quad (\Omega \cdot \text{m}) \quad (2)$$

ここに、 A : 断面積 ($=2.0 \times 10^{-6} \text{ m}^2$)

2.2.4 比透磁率 μ_r -表面からの深さ d 特性

試料振動型磁力計 (VSM, 理研電子, BHV-55) を用いて試料の B - H ループを測定した。渦電流非破壊検査法を用いた良否判定では、コイルによって磁界の強さ $H = \pm 320 \text{ A/m}$ を歯車に作用させている⁸⁾。そのために $H = \pm 320 \text{ A/m}$ を作用させたときの軸方向の比透磁率 μ_r を下式を用いて求めた。

$$\mu_r = \frac{B}{\mu_0 H} \quad (3)$$

ここに、 μ_0 : 真空の透磁率 ($=4\pi \times 10^{-7} \text{ H/m}$)

3 測定結果

3.1 気孔率 P -表面からの深さ d 特性

Fig. 2 は各素材の表面からの深さ d に依存する気孔である。転造加工によって表面が緻密化されている。また、Fig. 2 (a) に示したように、素材の密度が小さい As-7.00 は他の素材と比較すると気孔が多く観測された。

Fig. 3 は式 (1) を用いて算出した気孔率 P -表面からの深さ d 特性である。なお、2 個の試料の気孔率 P をそれぞれ算出して、その平均値を Fig. 3 に示した。表面からの深さ d の増加にともなって、気孔率 P は単調増加した。転造加工によって表面からの深さ約 2.5 mm までの領域の気孔率が減少することがすでに検証されている。また、緻密化の影響がおよばないと

Fig. 2 Pore which depends on depth from surface of (a) As-7.00, (b) As-7.25, (c) Hi-7.50 and (d) Hi-7.60.

Fig. 3 Porosity-depth from surface characteristics as the parameter of PM materials.

Fig. 5 Resistivity-depth from surface characteristics as the parameter of PM materials.

(a)

(b)

Fig. 4 Stress-depth from surface characteristics as the parameter of PM materials. (a) axial stress and (b) circumferential stress.

思われる $d=2.8$ mm まで外挿すると、各素材とも、メーカ発表のアルキメデス法による気孔率と一致する。

3.2 応力 σ -表面からの深さ d 特性

Fig. 4 (a) は軸方向の応力 σ_a -表面からの深さ d 特性であり、Fig. 4 (b) は円周方向の応力 σ_θ -表面からの深さ d 特性である。 $d=0$ mm-0.2 mm の範囲において d の増加にともなって残留応力が高くなり、 $d=0.2$ -0.4 mm の範囲において残留応力が最大

Fig. 6 Relative permeability-depth from surface characteristics as the parameter of PM materials.

になった。 $d=0.4$ mm 以降は残留応力が減少した。また、素材の密度が高くなるにしたがって (As-7.00 → As-7.25 → Hi-7.50 → Hi-7.60), 残留応力も大きくなった。また、 $d=0.4$ mm において軸方向の残留応力は円周方向の残留応力よりも 20 MPa 小さくなった。

3.3 抵抗率 ρ -表面からの深さ d 特性

Fig. 5 に抵抗率 ρ -表面からの深さ d 特性を示した。 $d=0$ mm-0.2 mm の範囲において d の増加にともなって抵抗率 ρ は減少して、 $d=0.2$ mm においては ρ は最小となった。さらに、 $d=0.2$ mm-2.0 mm の範囲では d の増加にともなって ρ は増加した。また、素材の密度が高くなると ρ は小さくなった。

3.4 比透磁率 μ_r -表面からの深さ d 特性

Fig. 6 に比透磁率 μ_r -表面からの深さ d 特性を示した。素材 As-7.00, As-7.25, Hi-7.50 では $d=0$ mm の μ_r は $d=0.3$ mm の μ_r より小さくなり、 $d=0.4$ mm-1.2 mm の範囲においては緩やかに減少、 $d=1.4$ mm 以降からは急激に小さくなった。また、素材 Hi-7.60 の μ_r - d 特性は、 $d=0$ mm-0.4 mm の範囲では d の増加により μ_r は増加しており、0.4 mm-2.0 mm の範囲では d が増加すると μ_r は減少した。さらに、素材の密度が高くなると μ_r は大きくなった。

4 考 察

転造加工を施した焼結転造体の表面からの深さに依存する気孔率 P 、残留応力 σ 、比透磁率 μ_r 、抵抗率 ρ について考察する。残留応力は表面からの深さ $d=0.3$ mm付近で最も高くなり、 $d=0.3$ mm以降では減少した (Fig. 4)。それに対して、気孔率は $d=0-0.3$ mmの範囲ではほぼ0%であり、 $d=0.4$ mm以降で単調増加した (Fig. 3)。次に抵抗率と比透磁率は、 $d=0.3$ mm付近で抵抗率が小さくなり、比透磁率は大きくなった (Fig. 5, Fig. 6)。

気孔率が0%である表面からの深さ $d=0-0.3$ mmの範囲で残留応力が変化しているために、転造加工によって気孔率が0%となった以降でも残留応力は変化し続けると考えられる。同様に、抵抗率と比透磁率は気孔率 $P=0\%$ である $d=0-0.3$ mmの範囲でも変化している。そのために、抵抗率と比透磁率の残留応力依存性に注目した。

そこで残留応力に依存する気孔率 P 、抵抗率 ρ 、比透磁率 μ_r についてまとめた。Fig. 7-9に素材As-7.00とHi-7.60の気孔率 P 、抵抗率 ρ 、比透磁率 μ_r 、軸方向の応力 σ_a 特性および一次近似直線をそれぞれ示した。なお同図らは、 $d=0.3$ mm以降で残留応力が減少して気孔率が大きくなっていく範囲の特性に限定した。測定点はいずれも8点であり、気孔率 P 、抵抗率 ρ の一次近似直線の相関係数は0.8以上であった。比透磁率 μ_r は $d=1.4$ mm以降からは急激に減少したために、相関係数は0.5となった。Fig. 7, 8に示したように残留応力の増加にともなって、気孔率と抵抗率は減少した。また、Fig. 9に示したように比透磁率は残留応力が大きくなると増加して、残留応力が100 MPaより小さくなると急激に減少した。

一般論として、抵抗率は圧縮残留応力が大きくなると減少して¹³⁾、比透磁率は残留応力によって敏感に変化することが知られている^{11,12)}。さらに、密度が大きくなると、気孔率と抵抗率は減少して比透磁率は増加することも知られている¹²⁾。本実験では、表面からの深さ0.3 mm以降では深くなるにともなって圧縮残留応力は減少して、気孔率は増加した。また、抵抗率は増加して比透磁率は減少した。そのために、表面からの深さ0.3 mm以降の範囲では残留応力と気孔率の両方が影響して、抵抗率は増加、比透磁率は減少したと考えられる。渦電流非破壊検査のための特性が明らかになった。

5 あとがき

本論文で述べたことをまとめると以下ようになる。

- (1) 表面からの深さに依存する気孔率、残留応力、抵抗率、比透磁率

表面からの深さ $d=0-0.3$ mmの範囲における気孔率はほぼ0%であり、 $d=0.4$ mm以降において単調増加した。それに対して、 $d=0.3$ mm付近で最も残留応力が高くなり、 $d=0.3$ mm以降では減少した。次に $d=0.3$ mm付近で抵抗率は最も小さくなり、比透磁率は最も大きくなった。

- (2) 残留応力に依存する気孔率、抵抗率、比透磁率

表面からの深さ0.3 mm以降では深くなるにともなって圧

Fig. 7 Porosity-axial stress characteristics as the parameter of As-7.00 and Hi-7.60.

Fig. 8 Resistivity-axial stress characteristics as the parameter of As-7.00 and Hi-7.60.

Fig. 9 Relative permeability-axial stress characteristics as the parameter of As-7.00 and Hi-7.60.

縮残留応力は減少して、気孔率は増加した。また、抵抗率は増加して比透磁率は減少した。表面からの深さ0.3 mm以降の範囲では残留応力と気孔率の両方が影響して、抵抗率は増加、比透磁率は減少したと考えられる。

文 献

- 1) H. Miura, H. Tsumori, S. Hamamoto, K. Kawamoto, and S.

- Unami: "Improvement of the Contact Fatigue Strength by Rolling of Sintered Ferrous Alloy Roller -2nd Report-", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **57**(2010)430-434.
- 2) T. Takemasu, T. Ozaki, and R. Matsunaga: "Crowning process of P/M gear for automotive transmissions by finish rolling using screw-shaped tool", JSME Int. Journal. Ser. A. Solid Mech. Mater. Eng. Soc. Mech. Engineers, **46**(2003)196-201.
 - 3) M. Asti, D. Bassan, and M.F. Pidria: Sintered gears for automotive applications, Metall Ital., **96**(2004)37-42.
 - 4) T. Takemasu, T. Koide, Y. Takeda, and T. Shinbutsu: "Accuracy and Fatigue Performance of Finish Rolled Cr-Mo Sintered Steel Gears", Journal of Automotive Engineering, **73**(2008)1-6.
 - 5) T. Abe, S. Washimi, H. Hashimoto, and T. Kuriyama: "Material Characterization by Ultrasonic Imaging", Materia Japan, **35**(1996)804-809.
 - 6) M. Tanaka and Y. Mitsuhashi: "Surface Layer of the Sintered Steel due to the Milling Operation", The Japan Society for Precision Engineering, **41**(1975)808-813.
 - 7) T. Takemasu, T. Koide, Y. Takeda, T. Shinbutsu, D. Kamimura, K. Saito, and S. Nakamura: "Surface Rolling Properties and Surface Durability of 1.5Cr-0.2Mo Sintered Alloy Steel Rollers", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **57**(2010)424-429.
 - 8) Y. Kitamura, K. Deguchi, and T. Mizuno: "Measurement of Porosity of Sintered Gear Using Eddy-current Sensor", Proceedings of the 2010 Japan Industry Applications Society Conference, **2010**(2010)59.
 - 9) T. Mizuno, K. Deguchi, Y. Shimizu, Y. Shimura, Y. Kitamura, T. Takemasu, T. Shinbutsu, S. Amano, H. Yoshikawa, and S. Matsumoto: "Measurement on Porosity of Sintered Steel Using Eddy-Current Sensor", Abstracts of Autumn Meeting of Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, **2009**(2009)69.
 - 10) The Japanese Society for Non-Destructive Inspection: "Eddy Current Testing III", The Japanese Society for Non-Destructive Inspection, (2003)1.
 - 11) K. Kusaka, T. Takesita, and T. Kondo: "Effect of Stress/Strain on Magnetic Properties of Soft Magnetic Materials", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **46**(1999)666-672.
 - 12) T. Kato, T. Kono, M. Kawamura, and Y. Nakajima: "Magnetic Properties of FeCr System Alloys in Direct and Alternating Field", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **40**(1993)1246-1252.
 - 13) I. Endo, H. Kubo, Y. Morioka, and S. Itoh: "Electrical Resistivity Changes of Iron Powder Compacts during Sintering", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **26**(1979)195-200.
 - 14) Metal Powder Industries Federation: "MPIF Standard 35, PM Structural Material Section", The Metal Injection Molding Association, (2007)56-57.