研究

焼結鍛造における最適なプレホーム密度についての検討*

鴻野 雄一郎**, 大矢 根守哉***

Yûichiro Kôno, Moriya Ôyane: On the Optimum Density of Preforms in P/M Forging.

In order to make sure the optimum density of the preform, which was prepared from electrolytic copper powder, the quantity of the closed pores, the impact strength and the required pressure for forging of the preform were examined.

The quantity of the closed pores in the preform was constant up to the relative density of 0.85 and began to increase rapidly at 0.85. Above 0.85, almost all of the pores became closed ones.

The impact strength of the preform increased with increasing density but decreased rapidly at the density of 0.83 and beyond 0.85 increased again.

The required pressure for forging of the preform was calculated using the basic equations for plastic deformation of porous metals which were proposed by the authors previously. The calculated results showed that the lower the density of the preform, the higher the final forging pressure.

As a result, it was concluded that the optimum value of the density of the preform used in this work was about 0.8. And, in general, this optimum density may exist in the preform prepared from other metallic powders than electrolytic copper ones.

(Received August 19, 1974)

I 緒 言

最近焼結鍛造の技術が注目され、焼結機械部品の機械的性質の向上に結びつく密度の上昇に有効であるということで生産現場でも使われ、研究^{1~3)}も行われている。焼結鍛造の一般のプロセス⁴⁾は、まず材料粉末よりプレホームをつくり、それを鍛造した後、機械加工、熱処理を施して最終製品としている。さてこのプロセスにおいて目的とする最終製品を得るためにどのようなプレホームをつくればよいかということを考えると

○最終製品の密度に対してプレホーム密度をどの程度にすればよいか

○製品の形状に対してどのようなプレホーム形状とするのがよいか

○プレホームの焼結条件はどうすればよいか

等の点について検討しなければならない。これらの点のうちプレホーム密度について更にくわしくみると考えるべき点として第一にプレホーム密度と最終鍛造材の機械的性質の関係があげられる。一般に焼結体の密度を高くするとその機械的性質は改善されるのであるが、耐衝撃性についてみると密度をあげるとかえって耐衝撃性が悪

化する場合があることが報告されている⁵⁾。この原因についてはいろいろ考察されているが⁶⁾、それらの原因の他に、プレホームの内部に存在するクローズドポア（プレホーム内部に独立し、外部と通じていない空隙）が何らかの影響を与えているのではないかと考えられる。第二にあげられるのはプレホーム密度と鍛造圧力の関連である。焼結体は内部の空隙のためにその変形応力は同一組成の溶解材と比較して低いのであるが、その低くなる程度は空隙率（すなわち密度）によって異なる。又、変形による加工硬化の程度も焼結体に与えられるみかけのひずみが同じでも空隙率の違いによって異なる。したがってプレホームの密度が異なれば鍛造圧力は異なってくる。このことは冷間鍛造の場合に特に顕著である。第三にはプレホーム密度と加工限界である。密度によって延性の程度が異なるので鍛造時に与えるひずみに応じてプレホームの密度がどれくらいであればよいかを考えねばならない。プレホーム密度に注目してみた場合以上の三点が主に考えられるが、本研究ではまず最初にプレホー

* 昭和49年度5月本協会春季大会(京都)にて発表, 昭和49年8月19日受理

** 京都大学工学部大学院 〒606 京都市左京区吉田本町

*** 京都大学工学部 〒606 京都市左京区吉田本町

ム密度と空隙の状態（クローズドであるかオープンであるか）、空隙の状態とプレホームおよび鍛造材の耐衝撃性の関連について調べ、次にプレホーム密度と鍛造圧力の関係について調べて最適なプレホーム密度について検討した。

II プレホーム密度と空隙の状態および衝撃値

焼結体内部の空隙にはクローズドポアとオープンポア（内部に独立せず、外部と通じた空隙）が存在する。オープンポアに何らかの方法である物質を充満させることができれば、充満させた物質の体積を知ることによってクローズドポアの体積も求めることができる。

II-1 実験方法ならびに試料

実験に使用した粉末は電解銅粉（CE 5 福田金属製）でその諸性質を Table 1 に示す。本研究では以下の実験すべてにこの粉末を使用した。圧粉の際の潤滑はステアリン酸亜鉛をアセトンにかした後、型壁に塗布して行った。プレホームの成形圧力は $0.8 \sim 10 \text{ ton/cm}^2$ 、焼結は真空中で行い、焼結温度は 900°C 、焼結時間は15分、30分、2時間の3段階とした。プレホームの大きさは $12\phi \times 10 \sim 25 \text{ mm}$ である。クローズドポアの体積測定は JIS Z 2506「焼結含油合金の有効多孔率測定方法」を採用した。これはオープンポア中に油を充満させ、充満した油の重量より有効多孔率（すなわち、オープンポアの焼結体全体に対する体積割合）を測定するものである。まず試料をソックスレー抽出器中で洗浄し試料内部の油等をとり去ったあと乾燥し、次に 30 mmHg 以下の圧力中で30分保持し、同圧力中で 80°C に熱した油の中につけて30分保持する。この処理を行った試料の空中での重量 $B \text{ g}$ と水中での重量 $C \text{ g}$ を測定する。求める有効多孔率 P は

$$P = \{(B-A)/(B-C)S\} \times 100 \%$$

である。ただし A は試料の乾燥後の重量、 S は油の比重である。なお使用する油は 50°C で動粘度 $29.1 \pm 5.0 \text{ cst}$ と決められており、ここではマシン油 1 号 (50°C で

動粘度 $30 \pm 5 \text{ cst}$) を使用した。試料のクローズドポアの焼結体全体に対する体積率は、試料の多孔率から上記の有効多孔率 P を引き去ったものである。又、鍛造中のクローズドポアの変化をみるため、初期密度比 0.745 、 0.826 のプレホームをプレホーム上下端面にテフロンシートを敷き、圧縮試験機によって冷間自由圧縮したものの有効多孔率をそれぞれ測定した。プレホームの衝撃試験はU字型ノッチ試験片（ノッチ底半径は 1 mm ）によるシャルピー衝撃試験を行った。試験片は一条件につき3ヶづつとした。試験温度は約 10°C で、試験片寸法は $10 \times 10 \times 55 \text{ mm}$ の標準型である。試料の作製にあたっては切削加工を行わないように試料寸法と目的の密度より求めた重量の粉末を加圧面積 $10 \times 55 \text{ mm}$ のダイス内で圧粉を行った。また、試料の溝切りは焼結後に行った。なお、衝撃値には試料の結晶粒径も影響を与えるので、試料を #06 のエメリー紙でみがいた後、バフ仕上げを行い、50% リン酸液で電解研磨したものの粒径観察を行った。

II-2 実験結果および考察

II-2-1 プレホーム密度と空隙の状態

プレホームの各密度でのクローズドポアのプレホーム全体に対する体積率を調べた結果を Fig. 1 に示す。未焼結の圧粉体、焼結時間の短いプレホームから長いものへとクローズドポアは増加しているが、特徴的なことはいずれの焼結条件においてもクローズドポア体積率が密度比 0.8 まではほぼ一定の値をとり、それ以上の密度比でクローズドポア体積率が急激に増加していることである。密度比 0.9 以上で再び低下しているがこれはプレホーム全体のポアが減少しているためで、このことは縦軸に全ポア中のクローズドポアの占める割合をとった Fig. 2 を見れば一層よくわかる。密度比 0.9 以上ではポアの殆んどすべてがクローズドポアとなっている。Fig. 3 は圧粉体焼結時の収縮の結果を示したもので、密度比 0.9 以上では膨張している。このことは密度比 0.9 以上ではポアが殆んどクローズドポアであるため、焼結の進行によ

Table 1 Characteristics of copper powder

Apparent density	g/cm^3	2.0~2.6
Tap density	g/cm^3	2.4~2.8
Flow rate	s/50 g	4.0~5.5
Purity of Cu	%	min 99.5
Oxygen (loss in weight in H_2)	%	max 0.2
Particle size distribution		
mesh	80 100 150 200 250 +325	
%	20~35 35~45 5~15 5~15 max 10 max 10

Fig. 1. Ratio between closed pore volume and preform volume (CP%) versus relative density.

Fig. 2. Ratio between closed pore volume and pore volume (CP%) versus relative density.

Fig. 3. Shrinkage due to sintering of the copper powder compact. Shrink ratio versus relative density.

Fig. 4. Ratio between closed pore volume and preform volume (CP%) versus relative density of forged (simple compression) preform.

るポアの減少よりも、クローズドポア内部の残存ガスの膨張の方がこの密度で大となったためであり、Fig. 1 に示す実験結果とよく一致している。Fig. 4 は密度比 0.745, 0.826 のプレホームを冷間自由圧縮しながら、それぞれのクローズドポア体積率を測定したもので、この場合クローズドポアは圧縮と共に少し減少し、密度比 0.9 から増加している。これは冷間圧縮の場合、クローズドポア内部の残存ガスは大気圧でありポアの変形に対する抵抗

Fig. 5. Ratio between closed pore volume and pore volume (CP%) versus relative density of forged (simple compression) preform.

Fig. 6. U-notched impact strength versus relative density for sintered copper tested at 10°C.

としては殆んど働かず、圧縮力によって実質部材料が変形すれば、ポアもそれに伴って変形するので、焼結の場合に残存ガスが焼結を抑制する働きをする状態に比べてクローズドポアの体積が少なくなるものと考えられる。Fig. 4 の縦軸を Fig. 2 と同様に全ポア中のクローズドポアの体積割合にとったものが Fig. 5 である。Fig. 6 はプレホームの衝撃試験結果である。衝撃値は密度比 0.83 付近まで増大し、その後減少して 0.85 で極小値をとってから再び増大している。なおこのときの試験片の破面はどの密度でも脆性的な粒状破面を呈していた。Fig. 7 はプレホームの結晶粒径を示したもので、密度によらずほぼ一定の大きさとなっている。Photo. 1 に結晶粒観察写真の一例を示す。

さて、黒木ら⁶⁾は鉄系焼結体の衝撃値について調べ、ある密度付近における衝撃値の低下（異常脆性）の原因として、異常脆性を示す密度付近での焼結体の結晶粒粗大化による遷移温度の極端な上昇や、片状気孔の存在を

Fig. 7. Grain size versus relative density for sintered copper.

Photo. 1 Grain boundary observation of sintered copper sintered at 900°C for 2 hr. Relative Density: 92.8%.

あげている。本研究で使した焼結銅の場合、Fig. 7 に示したように結晶粒の粗大化といった現象はみられなかったことから考えて更に別の脆化機構が存在するのではないと思われる。それは Fig. 1 に示したクローズドポアの増大との関連である。この点については現在まだ明確ではなく、今後更に研究が必要であるが、たとえば、空隙がクローズドの場合焼結時の温度上昇の過程で空隙内部の残存気体の圧力が高くなり、空隙を押し抜け、その後焼結温度に達してもこの押し抜けられた部分が完全に焼結されず一種の切欠きとして残り、これが衝撃値を低下させる原因となるといったことが考えられる。又、密度比が1に近づいていく時の衝撃値の増大は空隙全体の量が少なくなっていく為であろう。以上述べたクローズドポア増大によるプレホーム焼結時の膨張と、クローズドポア増大の密度付近での衝撃値低下の二つの現象を考えれば、焼結鍛造プロセスでのプレホーム密度をクローズドポアが急激に増大するような密度まであげるとはかえってよくないといわなければならない。

III プレホーム密度と鍛造圧力

次にプレホーム密度による鍛造圧力の相違を調べる。ただし、ここでは冷間鍛造の場合を取り扱う。焼結体は内部の空隙のためにそのみかけの降伏応力は溶解材の降伏応力よりも当然低く、又その密度によって違う値をと

る。更に鍛造によってある一定の密度にまでもっていく時にプレホームの最初の密度が異なれば、その時のプレホーム実質部材料の受けるひずみ（すなわち加工硬化の程度）が異なるので鍛造圧力も異なってくる。

さて、著者らは以前に多孔質体の塑性基礎式⁸⁾およびそれを修正したもの⁹⁾を発表した。それによれば焼結体の塑性変形は以下の式であらわされることがわかっている。

○応力—ひずみ増分関係式

$$d\epsilon_i = (3d\epsilon_{eg}/2\gamma^{2n-1}\sigma_{eg}) \left\{ \sigma_i - \left(1 - \frac{2}{9f^2} \right) \sigma_m \right\} \quad (i=1,2,3) \dots (1)$$

○相当応力 σ_{eg}

$$\sigma_{eg} = (1/\gamma^n) \left[\frac{1}{2} \{ (\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2 \} + (\sigma_m/f)^2 \right]^{1/2} \dots (2)$$

○相当ひずみ増分 $d\epsilon_{eg}$

$$d\epsilon_{eg} = \gamma^{n-1} \left[\frac{2}{9} \{ (d\epsilon_1 - d\epsilon_2)^2 + (d\epsilon_2 - d\epsilon_3)^2 + (d\epsilon_3 - d\epsilon_1)^2 \} + (f d\epsilon_v)^2 \right]^{1/2} \dots (3)$$

いずれも主応力、主ひずみ増分で表現しており、又

$$\sigma_m = \frac{1}{3} (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) \dots (\text{応力の静水圧成分}) \dots (4)$$

$$d\epsilon_v = d\epsilon_1 + d\epsilon_2 + d\epsilon_3 = -\gamma/d\gamma \dots (\text{体積ひずみ増分}) \dots (5)$$

γ : 密度比

n : 空隙の切欠き効果によるみかけの応力 σ に対する影響を示す項、実験より $n=2.5$

f : 密度比 γ の関数、実験より $f=1/2\sqrt{1-\gamma}$

鍛造圧力の計算の前に基礎式によって焼結体の密度変化について考えてみる。式中で密度変化をあらわすものは体積ひずみ増分 $d\epsilon_v$ であるが、これは式(1)、(4)、(5)より応力の静水圧成分 σ_m を使って

$$d\epsilon_v = (3d\epsilon_{eg}/2\gamma^{2n-1}\sigma_{eg}) \times (2/3f^2) \times \sigma_m \dots (6)$$

とあらわされる。(6)式より焼結体の密度変化には σ_m が0でないことが必要なことは明白である。したがってねじり試験の様な応力状態の時は $\sigma_m=0$ であるので密度変化はない。

III-1 プレホームの鍛造圧力の計算

焼結鍛造の場合、鍛造型より少し小さめのプレホームを型に入れ、ある密度まで自由鍛造しその後密閉型内鍛造によって目的の密度にまであげることが多い。したがって、ここでは計算の一例として Fig. 8 に示す

Fig. 8. Forging process of the preform

ようなプロセス, すなわち初期密度比 0.6~0.95 の各段階のプレホームをそれぞれ密度比 0.95 まで自由鍛造し, その後 0.98 まで密閉型内鍛造する時の鍛造圧力を求める。

III-1-1 自由鍛造

みかけの鍛造圧力 σ_1 と実質部材料の相当応力 σ_{eq} は, 式(2)で $\sigma_2 = \sigma_3 = 0$ とおくことによって次式であらわされる。(以下, 加圧軸を 1 軸, それに直角な方向を 2, 3 軸とする)

$$|\sigma_1|/\sigma_{eq} = \gamma^{2.5}/\sqrt{1+(1/9f^2)} \quad \dots(7)$$

次に σ_{eq} を求めるために実質部のうける相当ひずみを求める必要がある。それには次のようにする。相当ひずみ増分 $d\epsilon_{eq}$ と圧縮ひずみ増分 $d\epsilon_1$ の関係は式(8)より

$$d\epsilon_{eq} = \{\gamma^{1.5}/\sqrt{1+(1/9f^2)}\} \cdot |d\epsilon_1| \quad \dots(8)$$

$d\epsilon_1$ と密度比 γ の関係は式(1)と式(5)より

$$|d\epsilon_1| = (1+9f^2/3) \times (d\gamma/\gamma) \quad \dots(9)$$

(8), (9)式より

$$d\epsilon_{eq} = \{\sqrt{\gamma(13-4\gamma)}/4(1-\gamma)\} d\gamma \quad \dots(10)$$

(10)式より自由鍛造の場合の密度比 γ と相当ひずみ増分の関係が得られる。密度比 γ_i のプレホームを γ_f まで自由鍛造する時にプレホームの実質部材料が受ける相当ひずみは(10)式を積分することによって

$$\begin{aligned} \epsilon_{eq} &= \int_{\gamma_i}^{\gamma_f} d\epsilon_{eq} \\ &= \frac{1}{2} \left\{ \frac{3}{2} \left[\ln |6u-5| \right]_{u_i}^{u_f} - \frac{5}{4} \left[\tan^{-1} \left(\frac{u}{2} \right) \right]_{u_i}^{u_f} \right. \\ &\quad \left. - 24 \left[-1/2(u^2+4) \right]_{u_i}^{u_f} + 20 \left[u/8(u^2+4) \right]_{u_i}^{u_f} \right\} \quad \dots(11) \end{aligned}$$

で得られる。ただしここで

$$u \equiv \sqrt{\gamma(13-4\gamma)} + 3/(1-\gamma)$$

(u_i には γ_i , u_f には γ_f を入れる)

である。こうして得られた $\epsilon_{eq}|_{\gamma_i}^{\gamma_f}$ と銅の応力-ひずみ関係, ここでは市販の純銅の応力-ひずみ関係を近似した次式

$$\sigma_{eq} = 40(\epsilon_{eq} + 0.00222)^{0.35} \quad \dots(12)$$

を使って $\sigma_{eq}|_{\gamma_i}^{\gamma_f}$ を求め, 更にこれと(7)式より求める鍛造圧力 σ_1 が得られる。

III-1-2 密閉型内鍛造

自由鍛造と同様の順序で計算を行う。ただしこの場合は $d\epsilon_1 = d\epsilon_2 = 0$ なる条件より出発する。途中で得られる式は

$$d\epsilon_{eq} = (1/6)\sqrt{\gamma(25-16\gamma)}/(1-\gamma) d\gamma \quad \dots(13)$$

$$\begin{aligned} \epsilon_{eq} &= \int_{\gamma_i}^{\gamma_f} d\epsilon_{eq} \\ &= (-1/3) \left\{ (3/2) \left[\ln |6S+7| \right]_{S_i}^{S_f} + (7/8) \left[\tan^{-1} (S/4) \right]_{S_i}^{S_f} \right. \\ &\quad \left. + 48 \left[1/(S^2+16) \right]_{S_i}^{S_f} - (7/2) \left[S/(S^2+16) \right]_{S_i}^{S_f} \right\} \quad \dots(14) \end{aligned}$$

ただしここで

$$S = \{3 - \sqrt{\gamma(25-16\gamma)}\}/(1-\gamma)$$

Fig. 9. Required pressure for forging of the preform. forging process: preform→simple compression to 0.95→closed die compression to 0.98. preform density: ① 0.60 ② 0.65 ③ 0.70 ④ 0.75 ⑤ 0.80 ⑥ 0.85 ⑦ 0.90 ⑧ 0.95 (closed die compaction is experimental value)

である。(14)式と(12)式より評価した σ_{eq} と次式

$$|\sigma_1| = \gamma^{2.5} \sqrt{f^2 + (4/9)} \times \sigma_{eq} \quad \dots(15)$$

より求める鍛造圧力 σ_1 が得られる。

III-2 計算結果

上記の方法によって計算した結果を Fig. 9 に示す。図より最終の鍛造圧力はプレホーム密度が高いもの程低い値をとっており, プレホーム密度 0.6 のものと 0.95 のものとを比較すると前者が後者の約 2 倍の値となっている。これらの差は銅という比較的加工硬化率の大きい材料で求めた値であるが, 加工硬化率の低い材料や熱間鍛造の場合には差は小さくなるだろう。密閉型内鍛造における型にかかる応力 σ_2 は(1)式より

$$\sigma_2 = \{1 - (2/9f^2)\} / \{1 + (4/9f^2)\} \sigma_1 \quad \dots(16)$$

であらわされる。これを今とりあげている例の密度比 0.95→0.98の密閉型内鍛造にあてはめて計算したものが Fig. 10 であり, Fig. 9 と同様な傾向を示している。以上のことより冷間鍛造の場合, 鍛造圧力, 鍛造型にかかる応力の点からみて高密度プレホームの方が有利であることがわかる。

IV 結 論

以上まとめると, 本研究に使用した銅粉末よりつくったプレホームにおいて

1) プレホーム中のクローズドポアは密度比 0.85 まではほぼ一定でそれ以上で急激に増大し, 0.85 以上では殆んどがクローズドポアである。

2) プレホームの衝撃値は密度増大とともに上昇する

Fig. 10. Stress perpendicular to the inner wall of the die during forging of preform.

が、1)で述べた空隙が殆んどクローズドポアになる密度付近で一旦急激な低下を示した後再び上昇していく。

3) プレホームの鍛造圧力は、プレホーム密度が高いほど最終鍛造圧力は低い。

これらのことより、プレホームの密度をクローズドポア

アが急激に増大するような領域以上にあげると、焼結時のクローズドポア内残存気体の膨張による密度低下分だけ余分に鍛造仕事をしなければならないという意味で不利であるし、また同じ密度範囲でプレホームの衝撃値低下という現象もおこる。従って3)の鍛造圧力と合せて考えると、プレホーム密度はクローズドポアが急激に増大する範囲より少し低いところが適当であるといえる。本研究で用いた銅粉の場合はこの密度は密度比で0.8程度であるが、勿論他の材料についてもここで述べたと同様のことが成りたち、一般に適当なプレホーム密度というものが存在すると思われる。

おわりに本研究の実験に御協力いただいた九州工業試験所研究員沖本邦郎氏に感謝いたします。

文 献

- 1) H. A. Kuhn, C. L. Downey: International Journal of Powder Metallurgy, **7** (1971), 15
- 2) G. T. Browns: (Symposium on "The Forging of Powder Pretorms") Powder Metallurgy, **14** (1971), 124
- 3) 増田ら: 日本金属学会講演予稿集 (1972, 秋), 337.
- 4) たとえば、木村: 鋳鍛造 (1971), 23.
- 5) 黒木, 徳永: 粉体および粉末冶金, **16** (1969), 259.
- 6) 黒木, 若林, 徳永: 粉体および粉末冶金, **17** (1971), 307.
- 7) 竹綱: 京大卒業論文: 銅粉末の高速圧縮成形に関する研究 (1967).
- 8) 大矢根, 島, 鴻野: 日本機械学会論文集, **39** (1973), 86.
- 9) 大矢根, 川上, 島: 粉体および粉末冶金, **20** (1973), 142.

分 科 会

議 事 録

第25回粉体基礎分科会, 焼結小委員会

日 時: 昭和50年4月22日(火) 午後1時30分より16時30分まで

会 場: 住友クラブ (大阪)

出席者: 庄司委員長 他11名

議 事:

〔配布資料〕

6-1 Fe 焼結体の諸性質に及ぼす Si 添加の影響

〔柴田〕

6-2 アルミナの粒子成長について

〔木下〕

〔報告と討論〕

1. 柴田委員から資料 6-1 に関し, Fe-Si 焼結体の機械的性質と焼結過程を検討した報告があり, Fe 粉に Si 粉を添加して焼結すると, A_3 変態点までは Si が Fe の焼結を阻害するが, A_3 変態点以上では, Si の Fe

中への拡散が速くなり, Fe が γ から α へ変態し, 焼結が促進されるとともに Si の固溶強化によって強靱化されるという結果が示された。なお, 添加 Si 量ならびに焼結温度による粒成長と気孔の変化についても問題点を指摘された。

討論では, 使用粉末中の酸素量, 焼結中の酸化, 焼結体の組織などが論議された。

2. 木下委員から資料 6-2 に関し, まず, アルミナの粒子成長に対する気孔率と MgO 添加の効果についての粒子成長速度式の紹介があった。つぎにホットプレス中の粒子成長にふれた後, 不連続粒子成長の問題をとりあげこれが起りやすい条件と位置, MgO 添加による抑制効果などにつき説明があった。さらにアルミナの多結晶と単結晶の接合体を用いて, 粒子異常成長の機構を推定するという新しい知見が示された。

討論では, 添加した MgO の挙動, 雰囲気の問題, 粒子の異常成長などに関する質問を中心に議論があった。