研 究

含 Cr 低合金鋼粉焼結鍛造材の機械的性質に 及ぼす焼結条件の影響*

鰐 川 周 治**, 武 田 徹**

Shuji Wanikawa and Tohru Takeda: The Effect of Sintering Condition on the Characteristic of Sinter-Forged Cr Bearing Low Alloy Steel.

In order to improve mechanical properties of sinter-forged Cr bearing low alloy steel, effects of primary sintering of preforms and secondary sintering after forging on mechanical properties were examined for spherical powder having the porous surface layer (CP) and conventional P/M steel powder of under 100 mesh size (FP). Results were summarized as follow:

- 1) Oxygen contents of CP and FP preforms were 50~60 and 100~110 ppm respectively at the primary sintering temperature of 1250°C for 60 min.
- 2) At the forging temperature of 1100°C, the densities of both CP and FP sinter-forged steels were saturated at the forging pressure of 9 t/cm².
- 3) The impact strength of CP sinter-forged steels was influenced by the mean free path of small pores, as well as oxygen content.
- 4) The secondary sintering plays an important role for increasing the impact strength of both CP and FP sinter-forged steels. With increasing sintering temperature, residual pores became spherical and impact strength increased. The impact strength of the sinter-forged steels sintered under the secondary sintering conditions (for example at 1250°C for over 30 min) was located in the range of 13.5~15 kg-m/cm², while those of CP and FP sinter-forged steels (without the secondary sintering) were 8~9 and 8.5~9.5 kg-m/cm² respectively.
- 5) Tensile strength and hardness of both CP and FP sinter-forged steels were not influenced by the sintering conditions.

(Received December 27, 1979)

I 緒 言

著者らは先に粒子表層が多孔質で内部が密な形態を呈し、圧縮性と成形性とを同時に満足する含 Cr 低合金鋼粉の製造法を開発し、粒子表層に Cr 主体の酸化物を含むことを報告した¹⁾。

一般に焼結鍛造工程（密閉型鍛造）ではこのような酸化物および微細空隙^{2~5)}が材料中に残存し、これらは応力下で切欠作用をして材料の靱性を低下させる。この作用はプレホーム焼結（一次焼結）時に酸化物を還元して極力少なくするとともに、鍛造後、二次焼結して微細空隙を球状化することによって抑えることができると考えた。

本実験では上記の含 Cr 低合金鋼粉（1% Cr 鋼粉）ならびに同組成の -100 mesh 粉（粒子表層が多孔質でない水噴霧粉）を用い、焼結条件が機械的性質にいかの影響するか検討を加えたので以下に報告する。

II 実験方法

用いた原料粉の組成および特性を Table 1 に示す。これら粉末に天然黒鉛（日本黒鉛製：AP）を炭素ぶどまりが 0.4% になるように焼結条件によって CP の場合 0.58~0.65% の範囲（FP では 0.45~0.51%）で配合量を調整し、アルコール湿式混合した。この粉末を重量 43.5 ± 0.3g に秤量し、9×53.5×12.7~13.3mm に 5 t/cm² で成形後、1100~1300°C、10~60 min、脱炭を防止する⁶⁾ため H₂ 4l/min とプロパンガス 7ml/min の混合ガス[†]気流中で一次焼結した。なお、一次焼結後のプレホーム炭素分析値は 0.4~0.42% の範囲であった。

* 昭和52年5月本協会春季大会にて発表，昭和54年12月27日受理。

** 金属材料技術研究所，〒153 東京都目黒区中目黒2-3-12

† H₂は高圧ボンベより水素純化装置によって露点-70°Cとし，プロパンガスは市販の純度99.5%のものである。これらの混合ガスおよび炉内の露点は測定していない。

Table 1 Properties of 1% Cr steel powders.

	Sieve analysis mesh	wt %	Apparent density g/cm ³	Flow rate 50 g/sec	Oxygen content wt%	C content wt%	Cr content wt%
CP	20~42	12.5	4.02	15.9	0.18	0.019	1.02
	42~70	22.1					
	70~100	24.8					
	100~200	30.5					
	—200	10.1					
FP	—100	100	2.94	29.2	0.17	0.028	1.03

鍛造には 160 ton の小松製作所製マイプレスを用い、プレホームを Ar 雰囲気中で 900~1100°C に加熱、4min 間保持後、炉中より取り出し、6 秒後 10×10~11×55 mm の形状に 5~12 t/cm² で型鍛造（金型は特に昇温せず）し油冷した。鍛造時の潤滑にはコロイダルグラファイト（日本黒鉛製：オイルハイト）を適用した。

鍛造した試料を一次焼結と同じ雰囲気中で 1000~1300°C、10~60 min 二次焼結した。なお二次焼結の効果を比較するため一部試料を 850°C、30 min 焼ならした。二次焼結ならびに焼ならし試料を Fig. 1 のように JIS 規格 2202 に準じ、シャルピー 4 号試験片に R 0.25 mm の V ノッチ加工し、また中心部幅 5 mm 厚さ 4 mm に切削加工を施して引張り試験片を作製した。これらを Ar 気流中で 850°C、25 min 保持後油中へ焼入れし、脱油後 650°C、60 min 焼戻し処理した。

衝撃強さは 30 kg-m 衝撃試験機により、引張り強さはインストロンを用い、硬さはロックウェル C スケールにて測定した。なお、強さ試験は室温で実施した。試料の密度は水中置換法により、また組織を光学顕微鏡にて観察し、顕微鏡写真よりマイクロメーターによって 2×2 mm の範囲の空隙（Cr の酸化物も含む）の Mean Free Path (M. F. P.) ならびに鍛造方向と平行面のオーステナイト結晶粒度（JIS 規格：G 0551）を測定した。試料の酸素

量は化学分析により測定し、成分元素の濃度を EPMA により調べ、更に強さ試験後の破面を SEM にて観察した。これらと強さとの関係を検討した。

III 実験結果

III-1 鍛造条件と密度との関係

鍛造加熱温度と加圧力を変えた場合の密度を Fig. 2 に示す。一般の鉄系と同様に加圧力が高くなるにつれて密度は上昇し、1100°C、9 t/cm² 以上で約 7.83 g/cm³ に飽和した。FP の場合ももちろん傾向は同じであるが、両者の密度を比べると加熱温度 900°C の場合、同一加圧下で CP が FP より約 0.1 g/cm³ 程高い。1100°C では密度の差は小さく加圧力 9 t/cm² 以上ではほぼ等しい。これら用いたプレホームは 1250°C、60 min 一次焼結したもので密度は CP が 7.1 g/cm³、FP で 6.9 g/cm³ であり CP の方が高い。Fe 系⁷⁾ ではプレホーム密度が高いと同一加圧力での焼結鍛造密度も高くなるが、成形圧力を調整し、CP と FP のプレホーム密度を同等にしても、たとえば 900°C の場合、焼結鍛造密度は FP の方が低い、理由はプレホームの空隙径が小さいほど高い降伏応力が必要⁸⁾で、CP 空隙は大きく FP では小さい。

Fig. 1 Dimensions of tensile and impact test specimens.

Fig. 2 Relation between forging pressure and mean density on each forging temperature.

Photo. 1 Distribution of residual pores in preform and sinter-forged 1% Cr steel (CP).
A) Preform. B) As forged, 1100°C, 9.5 t/cm². C) After secondary sintering: 1250°C, 30 min. (←: Original porous surface layer of particle.)

III-2 組織および酸素量

Photo. 1 は CP のプレホーム、鍛造後および二次焼結後の試料断面写真を示す。写真にみるようにプレホームには原料粉粒子間の粗大な空隙と粒子表面多孔質部に相当する微細な空隙がある。粗大な空隙は一次焼結温度が高いとわずかに球状化傾向にあるが、形態に大きな変化はない。一方微細な空隙部には非金属介在物が含まれ、これらは一次焼結温度が高いほど数少なくなった。鍛造後の試料にも空隙と非金属介在物は観察され、一部が Photo. 1 の矢印で示すような集団を形成している。この集団は原料粉粒子の多孔質表面層が残存したもので一次焼結温度が高い場合ほど少ない。二次焼結後の試料にも空隙および非金属介在物はみられ、これら試料中の分布は鍛造したままの状態を保つ。しかし、形状は鍛造したままでは角張ったものが多く、二次焼結を高温長時間おこなうと球形となる (Photo. 4 参照)。FP の場合も空隙および非金属介在物は残存し、二次焼結によって球状化するが、原料粉が微粉で粒子表面に多孔質がないため、CP にみられるような空隙集団はほとんどなく、空隙および非金属介在物は試料中にほぼ均一に分散している。なお、試料中の空隙および非金属介在物は EPMA によって判別することができ、その一例を Photo. 2 に示す。

非金属介在物の多くは Cr の酸化物であった。

次に成分元素の濃度を EPMA 線分析で調べた。Fig. 3 は鍛造後の CP 試料である。原料粉粒子内の Cr は約 1% であるが、粒子境界部には Cr の酸化物があり、その近傍の Cr も 2~3% と高い。二次焼結後も酸化物は残存するが、その近傍の Cr は粒子内に拡散し、1150°C 以上では $Cr \leq 1.2\%$ となる。FP の場合、このような傾向はない。

Photo. 2 Scanning electron micrograph and Cr $K\alpha$ X-ray image of cross section of sinter-forged 1% Cr steel. (Secondary sintering condition: 1250°C, 30 min.)

Fig. 3 Line analysis of sinter-forged 1% Cr steel (as forged).

これら焼結鍛造後の試料はどれもフェライトとパーライトの混合組織を示す。また結晶粒度はどの場合も混粒で、JIS 規格による粒度番号（平均）は焼ならし試料が 7、二次焼結後では 6.5～7 の範囲である。

ところでプレホームの酸素量は Fig. 4 にみられるように一次焼結温度によって異なる。もちろん温度が高いほど酸素量は低く、1250°C 以上で 50～60 ppm(CP) となる。この酸素量は鍛造後も変わらず、また二次焼結によっても数 ppm 低下するに過ぎない。たとえば保持時間 60 min で一次焼結温度 1150°C ならびに 1250°C の場合、鍛造したままでは 180 および 55 ppm であり、1250°C 二次焼結後はそれぞれ 170 と 48 ppm である。この場合、試料表面より 2 mm 以内の部分を実験した平均値である。鍛造は大気中でおこなうため、鍛造したままでは表面に酸化スケールが生成している。鍛造後、試料表面を研摩し、1200°C 以上で二次焼結すると表面より 2 mm までの部

Fig. 4 Effect of primary sintering temperature on oxygen content of preforms.

Fig. 5 Relation between density and impact strength of sinter-forged 1% Cr steel. (Primary sintering temperature: ○● 1250°C △1150°C). (Secondary sintering temperature: 1250°C).

分の酸素量は 100 ppm 以下となる。

III-3 衝撃値

Fig. 5 に密度と衝撃値との関係を示す。図中衝撃値は低密度側では 1 kg-m/cm² 以下であるが、密度 7.5 g/cm³ 以上になると急激に上昇し、7.8 g/cm³ 以上で最高値となり飽和した。FP の衝撃値は低密度側で CP より高い。

次に密度 7.80～7.83 g/cm³ に鍛造した CP の衝撃値に及ぼす一次焼結条件の影響を Fig. 6 に示す。なお二次焼結は 1250°C、30 min に一定した。衝撃値は温度が高く保持時間が長いほど上昇し、保持時間 60 min の場合、温度 1200°C 以上で飽和した。FP の衝撃値に及ぼす一次焼結条件の影響は CP ほど顕著でなく、各温度において保持時間 10 min の場合と 1150°C 以下のときに 1～4 kg-m/cm² 程低い値を示したが、それ以外は 13.5～15 kg-m/cm² の範囲にある。

ところで前記のように一次焼結条件によって試料の酸素量は異なるが、衝撃値と酸素量との関係は Fig. 7 のよ

Fig. 6 Effect of primary sintering temperature on impact strength of sinter-forged 1% Cr steel (CP). (Secondary sintering condition: 1250°C, 30 min)

Fig. 7 Relation between oxygen content and impact strength of sinter-forged 1%Cr steel. (Secondary sintering condition: 1250°C, 30 min.)

うになる。図にみるように同一試料については酸素量が低いと衝撃値も概して低いが、CPとFPを比較すると、酸素量が同等でも衝撃値は大幅に異なる。

二次焼結を省けば（焼ならし）衝撃値は低い。たとえば1250°C, 60 min 一次焼結し、鍛造後焼ならした場合の衝撃値は8~9 kg-m/cm²(CP)。それより低温または短時間焼結では更に低い値を示す。二次焼結の影響はFig.

Fig. 8 Effect of secondary sintering temperature on impact strength of sinter-forged 1%Cr steel (CP). (Primary sintering condition: 1250°C, 60 min.)

8にみるように大きい。すなわち一次焼結が1250°C, 60 min の場合、二次焼結が1000°C 程度では焼ならし試料とほぼ同じ衝撃値であるが、高温、長時間保持になるほど上昇し、保持時間30 min の場合、1250°C 以上で13.5~15 kg-m/cm²の範囲に飽和する。この値は焼ならし試料の約1.7倍である。FPの場合もこのような傾向は全く同様である。

一方衝撃値の場合と異なり引張り強さには一次、二次焼結の温度依存性はほとんどみられない。Table 2に引張り試験結果と硬さを示す。伸びは二次焼結条件によって若干差があり、温度が高いとわずかに高くなる。硬さはどれもほぼ同じであった。

IV 考 察

IV-1 空隙の Mean Free Path と衝撃値との関係

CPの場合、空隙（Crの酸化物も含む）は一次焼結条件によってその分布が異なる（Photo. 1参照）。そこで空隙の分布と衝撃値との関係を検討した。

顕微鏡写真より測定した空隙（ここでは酸化物も含めた総称である）のM.F.P.をパラメータとすると、CPの分布状態はFig. 9のようになる。M.F.P.約2μと10μにそれぞれピークを持つ分布を示し、特に注目すべきは一次焼結条件によって2μ側のピークが変動することである。この2μ側のピークはPhoto. 1の矢印で示すような空隙集団に属し、図中7μ以下に対応するとみられる。破壊においてこのような部分はき裂発生の堆積場であり、低い応力でもき裂は容易に成長しよう。M.F.P.<7μの分率と衝撃値との関係はFig. 10のようになり、相関性は有意である。すなわちCPの衝撃特性は空隙の分布状態にも関係すると考えられる。

FPでは上記のような関係は明らかでない。理由は、FPの原料粉は微粉で粒子表層が多孔質でなく、焼結鍛造後の空隙はほぼ均一に分布し、一次焼結条件が異なっても分布に大きな差がないからである。したがって衝撃値に及ぼす空隙分布の影響は小さく、また、同一酸素量での衝撃値をCPと比較した場合など、分布が均一でないCPの方が低くなったと考えられる（Fig. 7参照）。

Table 2 Tensile properties and hardness of sinter-forged 1% Cr steel (Primary sintering condition: 1250°C, 60 min, Secondary sintering condition: 1250°C, 30 min).

	Treat	Tensile strength kg/mm ²	Yield strength kg/mm ²	Elongation %	Hardness HRC
CP	Secondary sintered	84~85	73~76	22~26	21~26
	Normalized	"	73~74	20~24	"
FP	Secondary sintered	"	73~76	25~27	"
	Normalized	"	73~74	24~26	"

Fig. 9 Mean free path of small pores of sinter-forged 1%Cr steel (CP). (Secondary sintering condition: 1250°C, 30 min.)

IV-2 空隙形状と衝撃値との関係

前述のように一次焼結条件を一定とし、鍛造後、二次焼結すると、しないものより更に高い衝撃値を示す。この二次焼結では酸素、Cr の酸化物、空隙などの量、分布ともに変動は小さく、結晶粒度も6.5~7 (平均) の範囲に留まる。そこで破面を観察し、その原因について検

Fig. 10 Effect of mean free path of small pores ($d < 7 \mu$) on impact strength of sinter-forged 1%Cr steel (CP). (Secondary sintering condition: 1250°C, 30 min.)

討を加えた。

焼ならし試料 {a}: 衝撃値 8 kg-m/cm²} と 1250°C 二次焼結した試料 {b}: 衝撃値 14 kg-m/cm²} の破面写真を Photo. 3 に示す (CP)。両者とも酸素量は 50~60 ppm である。破面を巨視的にみると、a) では原料粉粒子の概形が認められ、更に粒子間ネックにき裂が生じており破壊がこの部分を選択的に伝播したことを示す。一方 b) では原料粉粒子の概形は認めがたい。微視的には a) は局部的 (ネック部) に、b) は全面にわたり非金属

Photo. 3 SEM of fracture surface of sinter-forged 1%Cr steel. a) Normalized, impact: 8 kg-m/cm² b) Secondary sintered at 1250°C for 30 min, Impact: 14 kg-m/cm². (A: Neck of particles, B: Portion of collapsed pore.)

Photo. 4 Change of small pores on secondary sintering condition of sinter-forged 1%Cr steel. a) Normalized, b) Secondary sintered at 1250°C for 30 min.

介在物および空隙を核としたデインプル破面を示す。したがって二次焼結しない a) においてはネック部周辺にデインプルがないことから鍛造によって圧着された元空隙部*が存在し、この部分の結合は弱いとみられる。更に Photo. 4. a) にみるように原料粉粒子間の粗大空隙が圧着された部分には鋭い角を持った空隙が残存し、その角の先に結合の弱い空隙圧着部が続いているはずである。このような材料に外力が作用した場合、非金属介在物などにき裂が生じ（空隙はき裂であり、また金属結合の弱い部分は低い負荷応力で容易にき裂となりうる）、き裂は空隙圧着部方向に低い負荷応力で容易に成長、合体し、低い伝播エネルギーで破壊にいたると考えられる。一方、二次焼結した b) では空隙圧着部の金属結合を十分にし、かつ空隙は球形 (Photo. 4. b) 参照) となり、き裂の成

* Pilliar ら²⁾によると、このような部分は非金属介在物の連続した粒子境界部である。EPMA 分析による本試料の場合、非金属介在物の見い出せない部分が多く、そのため空隙圧着部とした。

長、合体（球形な空隙をき裂が通過する場合などき裂先端を鈍化する）には高い負荷応力が必要で、高い伝播エネルギーで破壊すると考えられる。FP においても同様なことが言える。

以上のことから焼結鍛造工程において材料の衝撃強さを高めるためには、残存した空隙および非金属介在物を球状化することはもちろんであるが、空隙圧着部の金属結合を十分にすることも重要で、そのために二次焼結が必要である。

V 結 言

含 Cr 低合金鋼焼結鍛造材の機械的性質に及ぼす一次、二次焼結条件の影響について調べた結果、次のことが明らかとなった。

- 1) 一次焼結は温度が高いほど焼結鍛造材の酸素量を大きく低下させ、かつ CP の場合は空隙の分布 (Cr の酸化物も含めた) を均一とし、衝撃強さを大いに高める。
- 2) 二次焼結は空隙圧着部の金属結合を十分にし、かつ空隙を球状にして、CP および FP の焼結鍛造材の衝撃強さを大いに高める。

3) 一次、二次焼結条件は CP および FP の引張り強さならびに硬さにはほとんど影響を及ぼさなかった。

文 献

- 1) 鰐川, 武田: 粉体および粉末冶金, **26** (1979), 289.
- 2) R.M. Pilliar, W.J. Bratina and J.T. McGrath: Modern Development in Powder Metallurgy, **7** (1973), 51.
- 3) Per Lindskog and Sven-Erik Grek: Modern Development in Powder Metallurgy, **7** (1973), 285.
- 4) G. Bockstiegel and C-A. Blände: Powder Metallurgy Int., **8** [4] (1976), 155.
- 5) G. T. Brown: Metals Technology, **3** [5~6] (1976), 229.
- 6) G. Bockstiegel and U. Björk: Powder Metallurgy, **17** [33] (1974), 126.
- 7) H. F. Fischmeister, B. Aren and K. E. Easterling: Powder Metallurgy, **14** [27] (1971), 144.
- 8) S. M. Kaufman: Int. J. of Powder Metallurgy, **8** [4] (1972), 183.