研 究

焼結鍛造材の表面欠陥発生に及ぼす製造条件の影響

高橋 和彦, 保科 栄介

トヨタ自動車株式会社開発部, 〒471 豊田市トヨタ町1.

The Effect of Manufacturing Conditions on Surface Defect Production
of Powder Forged Material

Kazuhiko Takahashi and Eisuke Hoshina

Production Engineering Development Div., Toyota Motor Corporation, 1 Toyota-cho, Toyota 471.

Received December 16, 1993

In order to lighten the weight of connecting rods, which are put into service with the surface as forged, mechanical properties, especially fatigue strength of the forged surface should be improved. In powder forged material, surface defects such as decarburized layer, surface roughness, and non-sintered area(NSA) are observed. This NSA, peculiar to this material, plays the most important role in determining the mechanical properties.

In order to develop the optimum strengthening process, the authors focused on this NSA and microscopically observed the microstructure and fractography to quantify the defect, using the ratio of NSA versus the cross sectional area. In addition, the effect of manufacturing conditions on the NSA production mechanism was quantitatively analyzed. As a result, NSA are caused by particle interface oxidation, thought to occur before forging via open-pores.

1 緒 言

焼結鍛造法は焼結法の基本的な利点を持ちながら鍛造による緻密化で比較的容易に高強度・高剛性が得られ、また精密に重量管理された圧粉体を熱間で閉塞鍛造するため熱間鍛造法に比べて重量精度にすぐれており、これらの多くの利点が注目され近年自動車用コンロッドを中心に着実に展開が進んでいる¹⁾。一方エンジンの高出力化及び低燃費化のニーズに応えるため往復運動部の中でも重量の大半を占めるコンロッドの軽量化を望む声が高まっている。

鍛造肌で使用されるコンロッドを軽量化するためには

機械的性質として特に黒皮状態での疲労強度を向上する必要がある。Fig. 1 に焼結鍛造法の工程と各行程で発生する表面欠陥を示す。焼結鍛造材の鍛造肌には熱間鍛造材と同様脱炭、面荒れに加え粉末粒界に沿った異常組織および残留空孔などの材料特有の欠陥が観察される。

焼結鍛造材の最適強化法を開発するため本研究ではこの材料特有の欠陥に着目し、まず組織及び破面のミクロ観察を行い欠陥量を定量化しその発生量に及ぼす製造条件の影響を定量的に明らかにしたので報告する。

2 試 験 方 法

Fig. 1 Powder forging process and its surface defects.

Fig. 2 Dimension of powder forging test sample and schematic diagram of sintered preform and forging die.

2-(1)供試材

アトマイズ鉄粉（神戸製鋼社製アトメル300M），電解銅粉（福田金属箔粉社製CE25），天然黒鉛粉（日本黒鉛社製ACP1000），ならびに潤滑剤としてステアリン酸亜鉛（日本油脂社製）を用いてFe-2wt%Cu-0.6wt%Gr-0.6wt%stZnの組成でV型混粉機で600sec混粉し，200～600MPaで圧粉成形した後吸熱型分解ガス中で1423Kにて600sec焼結を行い，0.3～1.1GPaでFig.2に示す形状に鍛造を行った．なお成形プリフォームは98g一定で鍛造型とのクリアランスが片側で0.2mmの形状とし，コイニングタイプで鍛造を行った．鍛造型は水溶性Grで潤滑した．また焼結体を炉から取り出し，鍛造するまでに大気中に露出する時間は5～15secとした．

2-(2)実験方法

得られた鍛造体の表面欠陥を観察するため断面の光学顕微鏡観察，走査電子顕微鏡（以後SEM）観察，EPMA分析を行った．また引張試験を行った破断面のSEM観察ならびにマイクロオージェ分析を行った．オージェ分析は日本電子製 JAMP-30を用いて加速電圧10KV，照射電流 3×10^{-7} Aで行った．またイオンエッチングビームとしては加速電圧3KVのArビームを用い，エッチング速度はSiO₂換算で10nm/60secである．

試料断面の酸素濃度分析にはEPMAでビーム径30ミクロン

Fig. 3 Intergranular oxidation in surface area of powder-forged steel.

とし表面と平行に1mm分析し，各々の深さで平均酸素濃度を算出した．

焼結プリフォームの酸化速度を測定するため前述の組成で引張試験片と同一質量のφ30の円柱状試験片を200～600MPaで両押し成形し，一度吸熱型ガス雰囲気中で1423K 600secの予備焼結後重量測定を行い，再度焼結温度まで加熱した後大気中に取り出し，5～25sec保持した後アルゴンガス中で室温まで冷却後重量測定して大気露出による重量変化率から酸化速度を求めた．

3 結果 および 考察

3-(1) 表面欠陥とその定量化

この材料はFig. 3に示すように光学顕微鏡で観察すると，表面から最大約0.15mmの深さまで原料粉末粒界に添った黒い模様が見られ，EPMAの分析結果からこの部分は酸化していることが確認できる．一方この材料の静的破断面はFig. 4のSEM写真に示すように擬へき開の粒内破壊の形態をとるが，表面部には原料粉末の形状がそのまま残り粉末界面が結合がしなかったことを示す部位

Fig. 4 SEM photographs of tensile fracture. (a) Non-sintered area in surface area, (b) quasi-cleavage fracture of innerpart.

Fig. 5 AES in-depth Profile of Fe, O, C. (a) Non-sintered area, (b) quasi-cleavage fracture of innerpart.

Fig. 6 Measurement of non-sintered area (NSA) ratio.

(以後未焼結部)が混在し、未焼結部は約0.5mmの深さまで分布している。

Fig. 5 に静的破断面のマイクロオージェ分析の結果を示す。試料内部の掘へき開破壊部位(Fig.5(b))は分析時の汚染と考えられる最表面の酸素しか検出されないのに対し、未焼結部(Fig.5(a))は明らかに高い酸素量が検出される。前述の粉末粒界に沿った異常組織はこの未焼結部のうち酸化が顕著な部分に相当するものと考えられる⁹⁾。また表面付近に観察される残留空孔についても引張破面の未焼結部に含まれるものと考えられる。

そこで本研究ではこの未焼結部に注目し、Fig. 6 に示したように静的破断面を500倍で撮影したSEM写真(観察視野250 μm $\times$ 170 μm)をもとに未焼結部を識別しイメージアナライザーを用いて未焼結部の面積率を測定し欠陥量を定量化した。測定位置および面積率分布の一例をFig. 7 に示す。測定は試験片1個の破断面について鍛造時の上下パンチ面側の表面部6ヶ所についてパンチ面側から加圧方向に測定した。未焼結部の面積率は表面から内部に入るに従い徐々に低下し約0.5mmの位置でほぼゼ

Fig. 7 NSA distribution and measuring spot in a fractured surface.

Fig. 8 Green density effect on NSA distribution.

ロとなる。また角稜部に近いほど高く、上下パンチ面側を比較すると下パンチ側が高い傾向にある。本研究では以後平均的な欠陥量が観察される下パンチ面側の中央(Fig. のA部)で試料の欠陥量を調べることにした。

3-(2)未焼結部の発生量に及ぼす製造条件の影響

未焼結部の発生量に及ぼす製造条件の影響を調査するため焼結体が大気中に露出する時間、焼結体の密度、鍛造面圧を変えて、面積率分布に及ぼす影響を調べた。

Fig. 8 に大気露出時間を10sec、鍛造面圧を1GPa一定とし焼結体密度を5.8~6.8Mg/m³まで変化させたときの未焼結部面積率分布を示す。焼結体密度が低いほど未焼結部の面積率は高く若干内部まで深く分布する。

Fig. 9 (a) に焼結体密度を6.3Mg/m³、鍛造面圧を1GPa一定とし大気露出時間を5~15secまで変化させたときの未焼結部面積率分布を示す。大気露出時間が長いほど未焼結部の面積率は高く若干内部まで深く分布する。Fig. 9 (b) は同じ試験片用いて破断面と平行に切断した断面をEPMAで酸素分析を行った結果である。大気露出時間が長いほど酸化レベルが高く内部まで酸化が進んでいる。また未焼結部が観察される深さとほぼ同等もしくは若干深い位置まで内部に比べ高い平均酸素量が検出される。

Fig. 10に大気露出時間を10sec、焼結体密度を6.3Mg/m³一定とし、鍛造面圧を0.3~1.1GPaまで変化させたときの未焼結部面積率分布を示す。鍛造面圧が低いほど未焼結部の面積率は高く若干内部まで深く分布する。

Fig. 11は円柱状の焼結体を用いて焼結温度まで加熱し

Fig. 9 Exposure time effect on NSA distribution (a) and oxygen content distribution (b).

Fig. 10 Forging pressure effect on NSA distribution.

た焼結体の大気露出時間と重量増加率ならびに試料温度変化を示したものである。試料温度は大気中露出時間と比例してほぼ直線的に低下し、25secの間に1423Kから約1100Kまで低下する。

一方試料重量は大気露出後の約10secの間に急激に増加し約15secで飽和する。このように試料重量の増加すなわち酸化は上記試験で変化させた15secといったごく短時間の大気露出により急速に進行することが確認できた。

栗野らは焼結プリフォームを鍛造する過程で発生する割れの再圧着現象に関しあらかじめ錐穴を開けたプリフォームを用い鍛造試験を行い、鍛造割れは再圧着する場合があり添加されたCは錐穴の酸化を防ぎ圧着を助けていると報告している⁹⁾。本研究で議論している未焼結部は鍛造により機械的に緻密化を行っても粉末界面が十分金属結合しなかった部位で、上記の実験結果からこの結合不良には粉末界面の酸化が重要な役割を果たしている

Fig. 11 Exposure time effect on weight increase rate and temperature of specimen.

ものと考えられる。開気孔を有する焼結プリフォームはミクロに見れば前述の錐穴と同様に働くものと考えられ、高温に加熱された多孔質な焼結体が焼結炉から鍛造型内に大気中へ搬送される際に表面から酸化が進行するものと考えられる。

4 結 言

焼結鍛造材の表面欠陥である面荒れ、脱炭、未焼結部の中でこの材料特有の未焼結部に着目しその発生量に及ぼす製造条件の影響を定量的に調査し、以下の結果を得た。

- (1) 静的破断面のSEM観察写真から未焼結部を識別し面積率を測定することにより未焼結部の発生量、分布状態を定量的に把握できた。
- (2) 未焼結部は表面に近いほど多く観察され、内部に入るに従い減少する。
- (3) 未焼結部の発生量は焼結体の大気露出時間が長い程、また焼結プリフォーム密度および鍛造面圧が低いほど増加する。
- (4) 未焼結部の発生は高温に加熱された焼結体が鍛造前に大気中に露出した際、表面部の開気孔を介し粉末界面が酸化することにより鍛造を行っても十分な焼結が行われなかったものと考えられる。

最後に本研究を発表するにあたり有益な助言や示唆を賜りました東北大学工学部の渡辺龍三教授に深く感謝の意を表します。

文 献

- (1) 大西, 積木, 永礼, 高橋: 日本金属学会報, 22 (1983) 537.
- (2) 積木, 永礼, 彦坂, 岩間, 半沢: トヨタ技術, 33 (1983) 173.
- (3) 荒木, 佐藤, 高原, 落: R&D/神戸製鋼技報, 42 (1992) 24.
- (4) M. Weber: SAE Tech Pap Ser, SAE-9101571
- (5) H.F. Fishmeister, L. Olsson, K.E. Eatsterling: Powder Metall Int, 6 (1974) 30.
- (6) 栗野, 渡辺, 団野, 伊東, 木村: 粉体および粉末冶金, 25 (1987) 229.