

## (粉末 HIP 法による抗クリープ複合金型の開発)

# 8 恒温鍛造金型用ライニング材料の開発 (第1報)

府山伸行, 寺山 朗, 丹下俊之\*, 草部一郎\*

(Development of Hybrid Dies with High Creep Resistance using Hot Isostatic Pressing)

Development of Lining Alloy for Isothermal Forging Dies(The 1st Report)

FUYAMA Nobuyuki, TERAYAMA Akira, TANGE Toshiyuki and KUSABE Ichiro

In order to extend the life of Isothermal Forging Dies, a high hardness and low dynamic friction alloy by powder metallurgy process was investigated. The main results are as follows: (1) The composite particle of Nickel-base alloy (TRIBALLOY alloy: T-700) including  $\text{CrB}_2$  and  $\text{WS}_2$  were made by the dry mechanical alloying method. A grain size of this composite particles were about  $5\mu\text{m}$  most. (2) A hardness of Rockwell C of Nickel-base alloy contain more than 20%  $\text{CrB}_2$  was increased above 65. A high-temperature hardness at  $600^\circ\text{C}$  of this composite alloy was 1.5 times superior to that of SKD 61 alloy. (3) A dynamic friction of this composite alloy including  $\text{WS}_2$  falled down less than 0.1.

キーワード：鍛造金型, Ni 基超合金,  $\text{CrB}_2$ ,  $\text{WS}_2$ , メカニカルアロイイング, 放電焼結

## 1 緒 言

軽量構造部材の製造技術のうち, 恒温鍛造法は素材と金型を同一温度に制御し, 変形抵抗を低下させることで難加工材 (Ti 合金等) の成形を可能とする優れたプロセスである<sup>1), 2)</sup>。共同研究体のメンバーらは軽金属難加工材 (Mg-Al-Zn, Al-Si 等) に対する恒温鍛造技術の適用に成功し, これまでに $10^4$ の高歪み速度で50%以上の大規模体積移動を行い, 組織制御されたニアネット鍛造材の高信頼性を明らかにした。例えば Al-12%Si アルミニウム合金は Si の粒状化, 結晶粒の微細化により従来法よりも飛躍的に特性を向上させている<sup>3) - 5)</sup>。

しかし, 軽金属恒温鍛造プロセスは金型を $400^\circ\text{C}$ 以上に加熱制御して成形を行うため, SKD61を代表とする熱処理強化式の金型では, 高温強度の問題から耐久性に問題があり, 低コスト量産化を阻害している。また, 高価な超硬金型は焼きばめ構造に起因した使用限界温度 ( $350^\circ\text{C}$ 以下) の制約から本プロセスには適用できない<sup>6)</sup>。そこで, 従来の SKD 等, 熱処理式金型にみられる高温における軟化と変形を抑止するため, 高温強度, 硬度, クリープ特性の優れた材料を用いた専用金型の開発が必要である。

本報では, 粉末焼結法で表面硬度 HRC65程度のラ

イニング層を形成させた複合金型の開発を目的に, 機械的合金化 (以下, メカニカルアロイイング: MA) 法によりセラミックス等で強化した超合金基複合粉末の配合と形成条件を検討した。また, 試作した複合粒は放電焼結法により固化成形し, 高温硬さなどの材料特性を評価し, 従来金型材料である熱間工具鋼と比較評価した。

## 2 実験方法

### 2.1 供試材料

ベース材料は汎用 Ni 基超合金のうち, 高硬度な内部介在物相 (lavas) の分散により耐磨耗, 耐食性に優れたトリバロイ合金 T700 (ステライト社製) を使用した。表 1 に主要な化学成分を示す。

強化材には硬度, クリープ変形抑止効果の高い金属ホウ化物粉の  $\text{CrB}_2$  (日本新金属(株)製) を最大30wt% 配合し, 硬さなどの複合効果を検討した。また, 金型ライニング表面の摩擦係数低減を目的に, 自己潤滑性能<sup>7)</sup>を有する  $\text{WS}_2$  (日本潤滑剤(株)) の配合も行った。配合量は最大 5 wt% とした。図 1 に各粉末の電子顕微鏡写真を示す。

表 1 トリバロイ合金 T700の主要な合金組成 (mass%)

Ni	Cr	Mo	C	Si
Bal.	15.5	32.5	<0.08	3.4

\*株式会社アルマテック

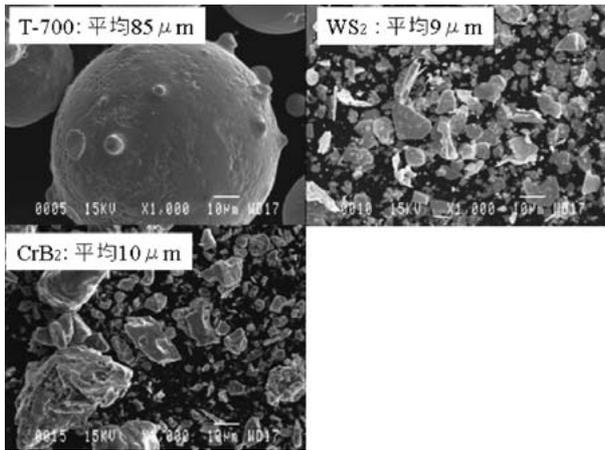


図1 各粉末の外観(混合前)

## 2.2 MA法による複合粒の作製

図2に示す高エネルギー型ボールミルであるアトライタ(三井鉱山(株)製:MA-D1)を用いて、乾式MA条件を検討した。図のように、鋼球( $\phi 10\text{mm}$ , ステンレス SUS430)を7割程度充填したポット内部へ総量4kgの原料粉末を投入し、Arガス雰囲気中で攪拌した。回転数は500rpmに固定し、攪拌時間を変化させ、複合粒の形成状態を粒度分布測定および電子顕微鏡観察により評価した。



図2 アトライタの外観とポット内部

## 2.3 複合粒の放電焼結<sup>8)</sup>

複合粒は放電焼結装置(ソディックメカテック(株)製: PAS-V-H)を用いて $\phi 20 \times t 7.5\text{mm}$ に固化成形した<sup>9)</sup>。黒鉛型に所定量の粉末を充填し、単軸圧縮によって加圧しながら通電を行った。焼結温度は黒鉛型表面の穴に挿入した熱電対で測定し、1000, 1050, 1100°Cの各条件で1時間加熱保持後、炉冷した。真空度は約0.15torr, 加圧力は640kgf/cm<sup>2</sup>である。焼結性に関しては、光学顕微鏡等により断面組織観察から評価した。

## 2.4 材料物性評価

放電焼結したライニング試作材は、HRC45~50に

調質した熱間工具鋼SKD61を比較材とし、常温および高温硬さ、動摩擦係数を評価した。

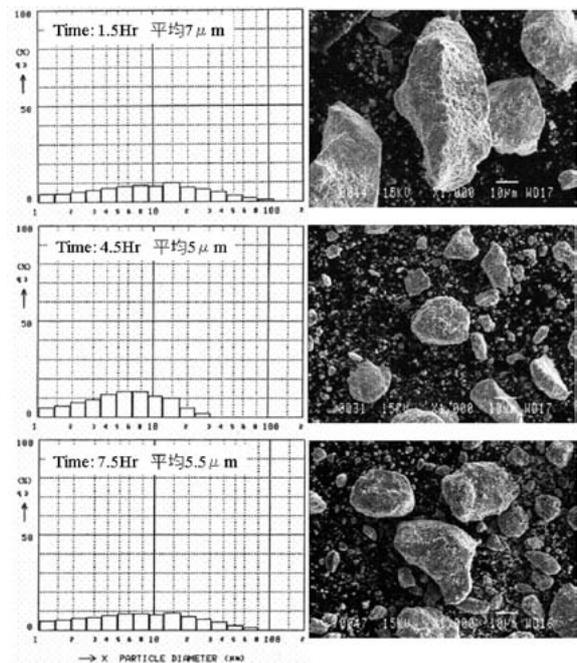
動摩擦係数は、鏡面仕上げした放電焼結材を用い、アルミ圧延板上の滑り試験から求めた。試験条件は牽引速度100mm/min, データ処理区間30mmとした。

## 3 実験結果及び考察

### 3.1 MA法による複合粒の形成

図3にアトライタで1.5, 4.5, 7.5時間混合した複合粉末の粒度分布と電子顕微鏡による外観写真を示す。配合割合はCrB<sub>2</sub>が20%, WS<sub>2</sub>が5.0%である。

攪拌時に適量の溶媒をポット内に滴下することで粉末の凝着、温度上昇を防止させ、数時間の連続運転が可能となった。攪拌時間1.5時間では角張った数十 $\mu\text{m}$ のベースメタル粒が多数を占め、破碎途中であることがわかる。4.5時間には破碎と圧接の釣り合いで最小粒径となり、逆に7.5時間では圧接が進行し粗大化した。なお、本粉末系の複合粒の形成状態は、配合を変化させても5時間前後が最適であった。

図3 複合粉末の粒度分布と外観写真  
(T700+20%CrB<sub>2</sub>+5.0%WS<sub>2</sub>)

### 3.2 放電焼結材の組織

図4に放電焼結装置を用いて1000, 1050, 1100°Cで焼結した複合粉末の顕微鏡写真を示す。配合割合はCrB<sub>2</sub>が20%, WS<sub>2</sub>が5.0%である。

焼結温度1000°Cでは複合粒の界面が残存していたが、温度上昇に伴い1100°Cでは消失し、均質な分散状態となった。本研究で用いたベース合金の放電焼結温

度は1100℃以上が必要と考える。

1100℃で放電焼結した複合粉末を電子顕微鏡観察した。エネルギー分散型エックス線分析により黒色部がWS<sub>2</sub>その周辺の灰色部がCrB<sub>2</sub>と推定できた。自己潤滑材として添加したWS<sub>2</sub>は凝集することなく分散していることがわかる。

強化材として添加したホウ化クロム粉末は焼結時に分解し、母合金中のNi, Moなどと反応して、ホウ化物相M<sub>3</sub>B<sub>2</sub> (M: Ni, Cr, Mo)を形成する報告例<sup>(10)~(12)</sup>があるが、本研究の焼結条件では確認されなかった。今後、反応焼結の効果については、焼結条件(圧力, 時間等)を再検討し, X線回折などで評価したい。

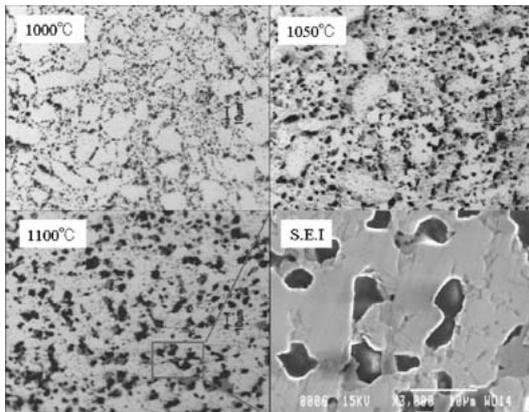


図4 放電焼結材の顕微鏡写真  
(T700+20%CrB<sub>2</sub>+5.0%WS<sub>2</sub>)

### 3.3 常温硬さ

図5にベース合金T700にCrB<sub>2</sub>のみ各割合で配合した放電焼結材の常温硬さを示す。配合量10%程度までは硬度上昇は緩やかであるが, 20%付近で目標硬度のHRC65付近に達し, 30%ではHRC70を超えた。このように放電焼結後, 熱処理することなく, 20%程度の添加でHRC65の硬質ライニング材を作製できることが分かった。

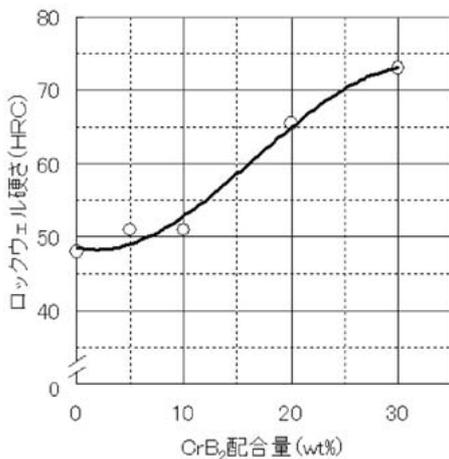


図5 CrB<sub>2</sub>配合量と硬さの関係

図6に放電焼結材を各温度に長時間保持した後の常温硬さを示す。配合はCrB<sub>2</sub>が目標硬度に到達する20%, WS<sub>2</sub>は5%とした。恒温鍛造温度領域を400, 500, 600℃と想定し, 常温硬さの軟化傾向を調べた。

従来材SKD61は400℃では軟化しないが, 焼き戻し温度領域に近づくとつれ, 残留応力の開放, 組織の安定状態への移行により, 600℃では50時間で約1/2, 1000時間で約1/3まで低下した。これに対し, 開発材は600℃領域の長時間使用想定でも軟化せず, 焼結のままの硬度を維持し, 常温硬さに優れることがわかった。

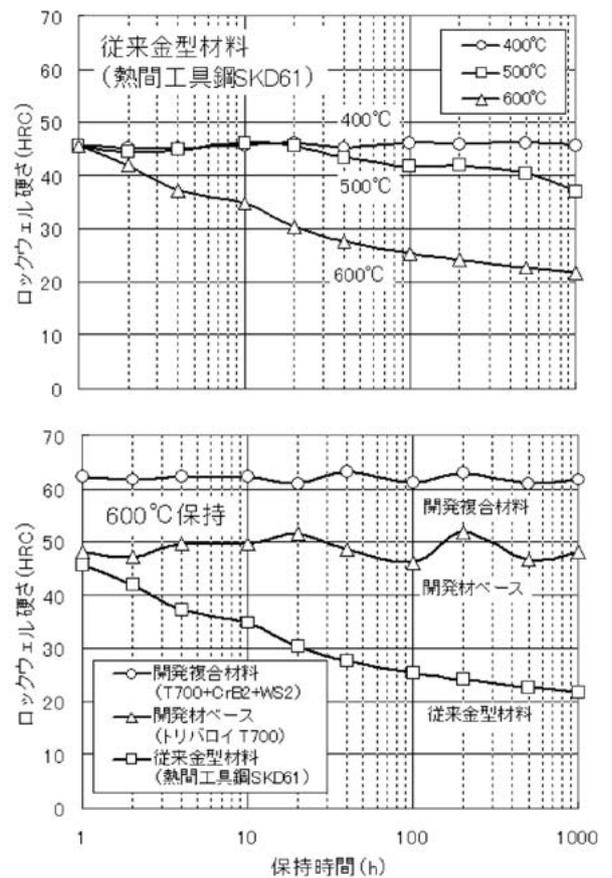


図6 高温長時間保持後の常温硬さ

### 3.4 高温硬さ

図7に放電焼結材の高温硬さを示す。所定温度到達後, 15分以内で測定した。配合割合はCrB<sub>2</sub>が20%, WS<sub>2</sub>が5.0%である。従来材と比べ1.5倍の室温硬さを600℃領域でも維持していた。

図8に400, 600℃の恒温鍛造温度領域に保持した時の高温硬さの時間変化を示す。400℃はほとんど変化しないが, 600℃では従来材が軟化するのに対し, 開発材は1000時間でも軟化せず, 高温硬さも優れることがわかった。本試作ライニング材は硬さと同様に高温

クリープ性も優れると予想される。

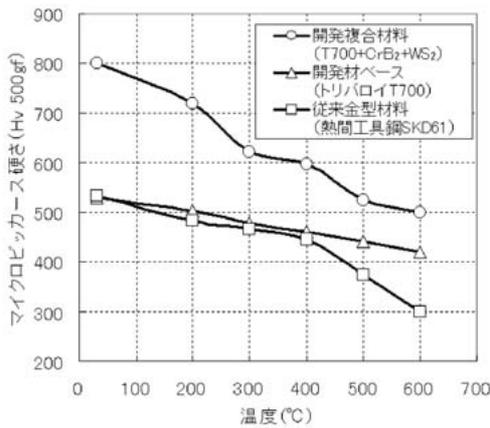


図7 600°Cまでの高温硬さ

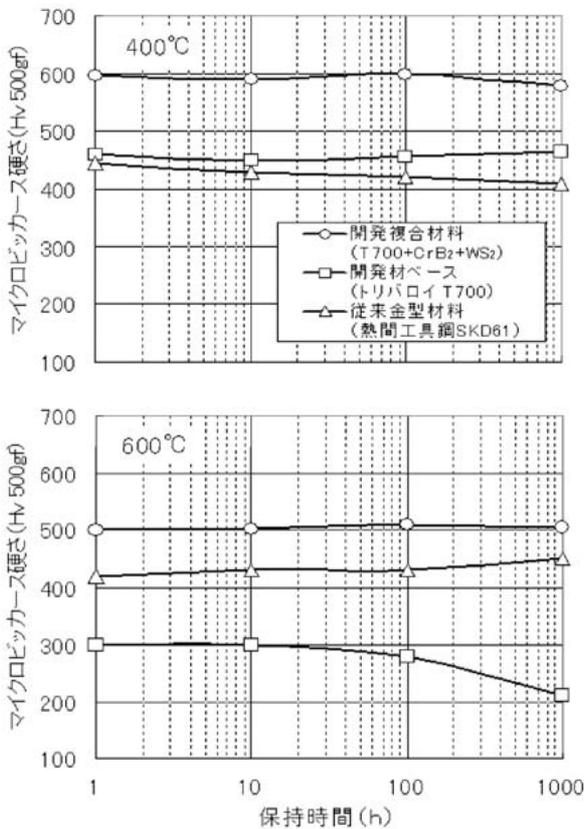


図8 高温硬さの時間変化 (400°C, 600°C)

3.5 動摩擦係数

表2にCrB<sub>2</sub>を20%に固定し、自己潤滑剤のWS<sub>2</sub>配合量を変化させた場合の動摩擦係数を示す。最小配合量の2.5%でもWS<sub>2</sub>添加によって、初期動摩擦係数が低減できることがわかった。今後、恒温鍛造温度領域におけるWS<sub>2</sub>の酸化安定度<sup>13)</sup>や強度特性に対する影響も考慮した配合割合を検討する予定である。

表2 放電焼結材の動摩擦係数

材 料	動摩擦係数
T700のみ	0.152
T700+20%CrB <sub>2</sub> +2.5%WS <sub>2</sub>	0.091
T700+20%CrB <sub>2</sub> +5.0%WS <sub>2</sub>	0.103

4 結 言

強化材 CrB<sub>2</sub>、自己潤滑材 WS<sub>2</sub>を配合した Ni 基超合金ベースの複合粉末を設計し、5時間約5μmの複合粒が形成できる乾式MA条件を確立した。

放電焼結法で固化した材料特性は、従来金型材と比べ鍛造温度領域に長時間保持(600°C-1000時間)した高温硬さが2.5倍に向上できた。また初期の動摩擦係数も約3割低減可能な硬質ライニング材である見込みを得た。

今後、強度および耐磨耗性などの材料特性を評価するとともに、耐熱鋼にライニング接合可能な焼結方法を検討して、複合金型を試作する予定である。

文 献

- 野中：鍛造 第13回国際鍛造会議報告書 全日本鍛造工業会，263
- ALALYKIN A A et al.：Met, 56 (2002) 10, 630
- 藤井他：広島県西部工技研究報告, 46(2003), 29
- 府山他：広島県西部工技研究報告, 47(2004), 17
- 府山：日本鑄造工学会中四国支部会報：27 (2004), 18
- 日産自動車：素形材, 38 (1997) 1, 56
- 津谷：固体潤滑ハンドブック, 幸書房
- 柳沢他：日本金属学会会報, 33 (1994), 1489
- 筒本他：広島県西部工技研究報告, 41 (1998), 69
- 森下他：粉体および粉末冶金, 37(1990) 8, 1143
- 梅田他：素形材, 32 (1991) 5, 7
- 大森他：日本金属学会誌, 48 (1984) 7, 682
- GTE SYLVANIA：TECHNICAL INFORMATION BULLETIN