

鉄鋼材料の酸化スケールにおける機械的特性の基礎研究

長岡技術科学大学 機械系

准教授 南口 誠

(平成 18 年研究開発助成 AF-2005014)

キーワード：酸化スケール，機械的特性，焼結体

1. 研究の目的と背景

熱間圧延や熱間型鍛造において、酸化スケールは焼付き防止や離型剤、潤滑剤といったプラスの効果とロールや型、ワークにダメージを与え、ワークの表面粗さを大きくするといったマイナスの効果がある。工程中での酸化スケールの振る舞いは古くから注目されているものの定量的な評価は十分ではない。酸化スケールの機械的物性が正確に求められていないため、酸化スケールを加味して正確な塑性加工のシミュレーションできない状態にある。鉄鋼材料の製造プロセス、熱間塑性加工、高温防食の観点において、酸化スケールの力学的特性は非常に重要であるが、その評価は十分されているとはいえない[1-3]。

本研究では、高温、高速変形の熱間型鍛造における酸化スケールの変形挙動の理解を目的に高温、高速な変形における力学的特性を得ることとした。当初、鉄鋼中の炭素量と酸化条件が酸化スケールの機械的特性に与える影響、特に炭素鋼の主体な酸化スケールである FeO について雰囲気酸素ポテンシャルと変形速度の関係を得ることに主眼を置いたが、緻密な FeO 焼結体の作製が非常に困難であること、焼結体の高温機械的特性を評価する実験装置の設計・試作に難航したため、常圧焼結法による FeO ならびに Fe₂O₃ 焼結体作製の検討と焼結体の高温硬さ、高温圧縮試験機の作製・試作について述べることにする。

2. 実験方法

2.1 高温圧縮試験機の設計作製

図 1 に本研究で設計試作した電動アクチュエーターを用いた高温圧縮試験機（最大荷重 1000 kN，最大変形速度 50mm/s⁻¹，最高試験温度 800℃）の外観を示す。この装置では、製作コストを安価に抑えるため、①ステッピングモーター

ターを用いた電動アクチュエーターを用いる、②操作性や精度をある程度犠牲にして構造を簡単にするものとし、電気炉の外で固定した試料押し棒（アルミナ棒ないし超合金棒）により試料を圧縮する、③試料サイズは最大φ20×20として極力小型化する、ものとした。現在、試料押し棒の温度上昇が問題となっており、高温での圧縮試験を行うことができない。現在、押し棒の冷却装置を準備している。また、大気解放の圧縮実験しかできない設計なので、今後、酸素分圧を制御した混合ガスを導入できるように改良する予定である。

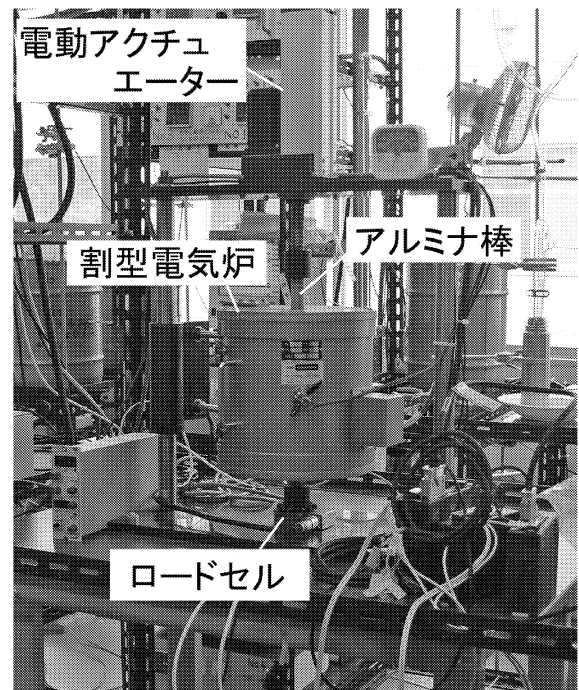


図 1 圧縮試験機の外観図

2.2 焼結体の作製

①FeO 焼結体の作製

FeO 粉末は、市販の α-Fe 粉末と Fe₂O₃ 粉末をモル比 1 :

1で混合し、真空熱処理を経て作製した。乳鉢で乾式混合して得られた混合物を金型成型した後、アルミナ管内に真空封入して1000℃、1hの熱処理した。その後、粉碎した後、X線回折(XRD)により、相同定を行った。粉碎した試料を金型成型・冷間等方加圧(CIP)を経て、真空中1000~1300℃で1h焼結した。得られた焼結体は、再びXRDによる相同定を行い、トルエンを用いたアルキメデス法による密度測定、走査型電子顕微鏡(SEM)による組織観察を行った。

②Fe₂O₃ 焼結体の作製

Fe₂O₃ 焼結体は、市販 Fe₂O₃ 粉末を金型成型後、CIP 処理して成形体を得た。その後、焼結温度 800 から 1300℃、3h 大気中で焼結した。FeO の場合と同様、トルエンを用いたアルキメデス法による密度測定や SEM による組織観察を行った。

2.3 高温硬さ試験

高温硬さ試験は、高温硬さ試験機(ニコンQM-2)を用い、サファイア製圧子によりビッカース硬さ試験を行った。雰囲気は高純度アルゴン(純度99.9995%)フロー(流量50ml/min)とした。測定温度は室温から700℃までとした。試験条件は、荷重0.49ないし2.94N、保持時間10s、圧子速度0.3mms⁻¹とし、各温度で最低3点の測定を行い、平均値を持って、その温度での硬さとした。

3. 実験結果・考察

3.1 焼結体の作製プロセス

①FeO

図1に真空熱処理後の粉末試料におけるXRD結果を示す。(a)と(c)では、700℃まで炉冷した後、アルミナ管ごと空冷(以降、この冷却方法を急冷と呼ぶ)した。炉冷ではFe₃O₄とα-Feに分離しており、急冷によりFeOに若干のα-Feからなる試料として得られた。570℃以下では、FeOは安定相として存在しない[4]。そのため、変態温度以上の温度からの急冷は不可欠である。

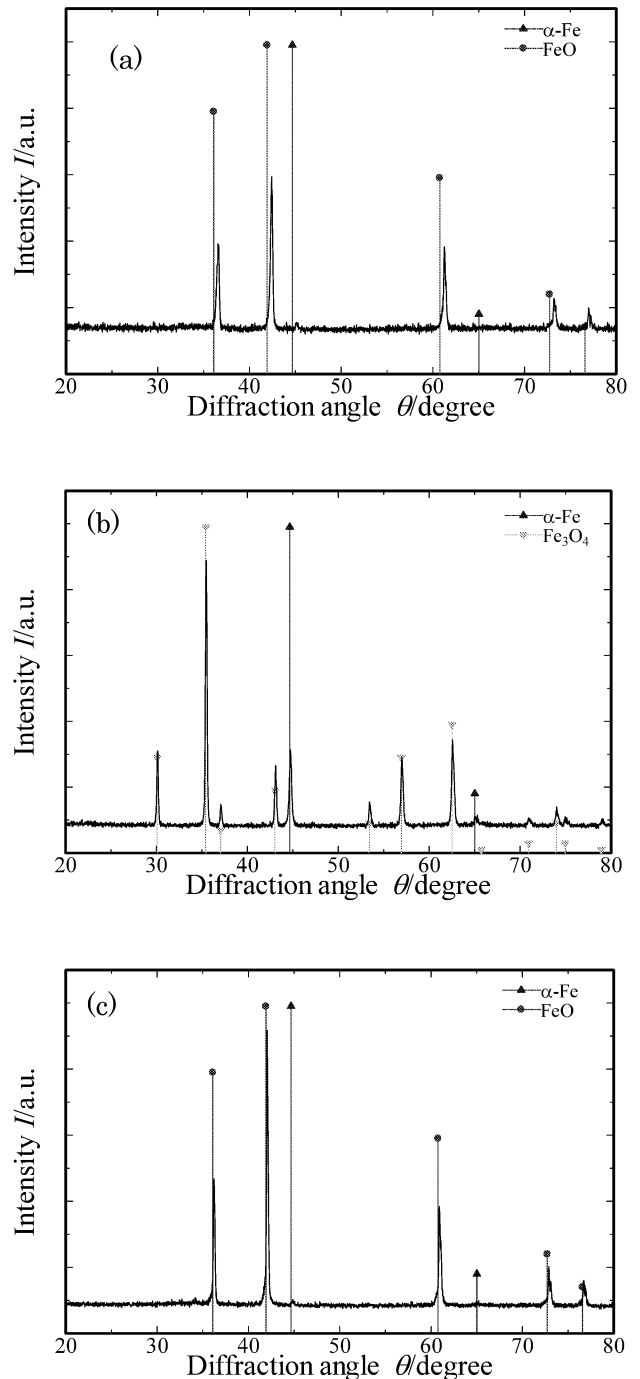


図2 合成したFeOのXRD結果。(a)1000℃、1h、炉冷、(b)1000℃、1h、急冷、(c)1000℃、3h、炉冷。

この結果をもとに、急冷した粉末を用いて、真空焼結を行った。図3にFeO焼結体の破断面SEM像を示す。いずれの試料も気孔が多く残存している状態で、緻密化が完了していないことがわかる。

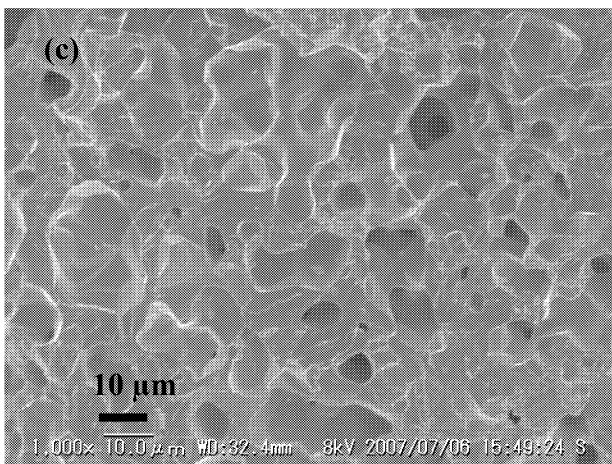
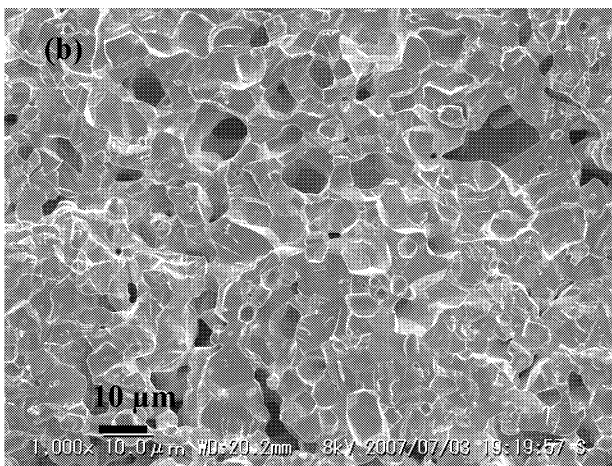
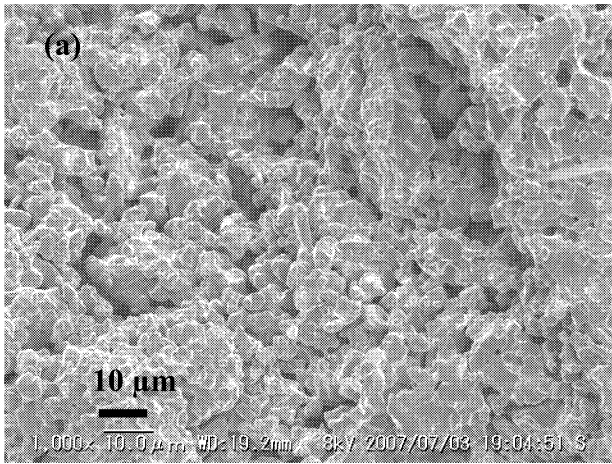


図3 急冷した FeO 焼結体の断面写真 (a)1000°C, (b)1200°C, (c)1300°C

図4にはFeOにおける焼結体密度の温度依存性を示す。焼結体においても急冷しないとFeOはFeとFe₃O₄に分解した。緻密化については、1300°Cにおいてもかさ密度は70%に満たず、緻密な試料は得られなかった。また、1200~1300°C

で緻密化が飽和している。FeOは1371°Cで液相を生成[4]することを考えると、温度上昇による緻密化はあまり期待できないと考えられる。図5にはFeO焼結体の粒径を示す。1300°Cにおいても10μm程度とあまり大きく成長していない。今後は、パルス通電焼結などの加圧焼結を行い、焼結体のち密化を図る。

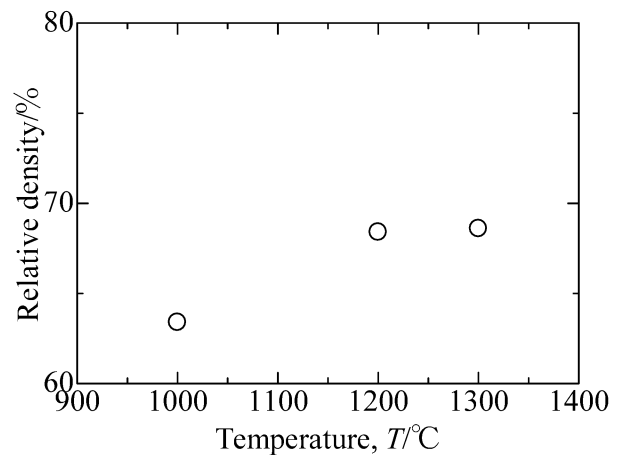


図4 FeO 焼結体における密度の焼結温度依存性

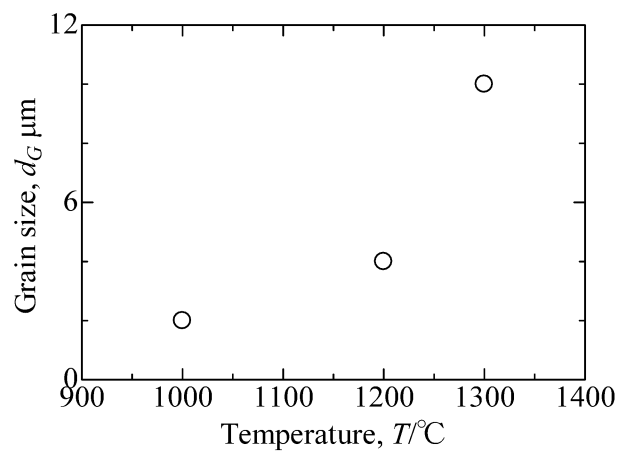


図5 FeO 焼結体における結晶粒径の焼結温度依存性

②Fe₂O₃

Fe₂O₃はFeOに比べると容易に焼結できた。図6および図7にFe₂O₃の密度と粒径の焼結温度依存性を示す。900°C以上でほぼ完全にち密化していることがわかる。また、結晶粒径は1100°C以上の焼結温度で急激な粗大化を起すことがわかる。

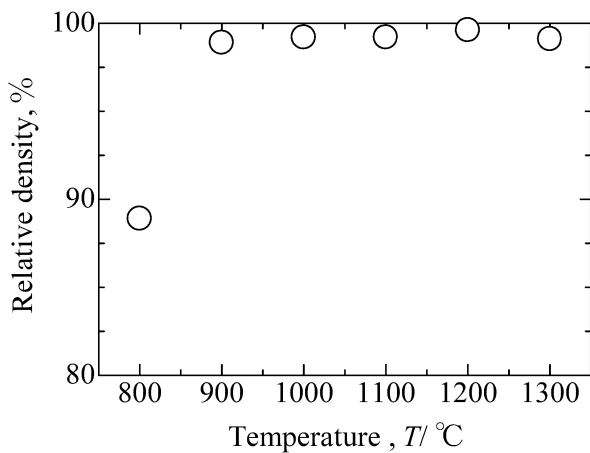


図6 Fe₂O₃ 焼結体における密度の焼結温度依存性

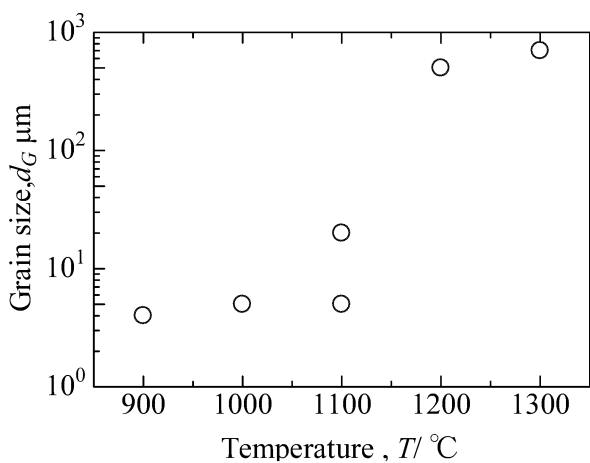


図7 Fe₂O₃ 焼結体における結晶粒径の焼結温度依存性

3.2 高温硬さ試験

図8にビッカース硬さの硬さ依存性を示す。鍛造されるワークとして、S55Cについても測定した。

FeOに関しては、相体密度68%の焼結体に対し、FeO安定温度である600°Cで硬さ試験を行った。その硬さは、S55Cよりも若干低い。緻密なFeO焼結体であればS55Cよりも硬さは若干高い程度と考えられる。

一方、Fe₂O₃に関しては、結晶粒径の大きさの影響を考慮するため、焼結温度1000°Cと1200°Cの試料について高温硬さ試験を行った。いずれの試料とも、試験荷重0.49Nでは、試料にクラックが生じており、厳密な意味では、硬さを測定できているとは言えないので、参考値として認識すべきといえる。Fe₂O₃焼結体の硬さは、いずれの温度域でもS55CやFeO焼結体よりもはるかに高いことがわかる。

室温ではHv800以上とかなり高いが、温度の上昇によって低下し、700°C付近ではHv100を下回るようになる。また、室温では1000°Cで焼結した試料、すなわち、結晶粒径が細かい試料の方が硬い。しかし、結晶粒径の影響は高温では認められなくなる。なお、高温硬さについては、Kollenbergの報告値[1]と同程度であった。

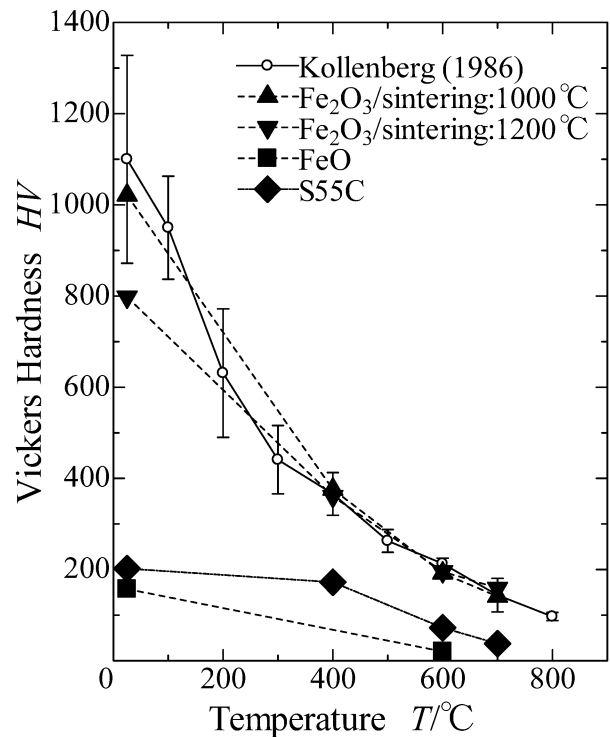


図8 S55C, FeO 焼結体, Fe₂O₃ 焼結体におけるビッカース硬さの温度依存性

4. まとめ

鉄鋼材料の熱間塑性加工における酸化スケールの影響を検討するための基礎研究として、高温における酸化スケールの機械的特性を検討した。今回は、安価な高温圧縮試験機の設計試作、FeOおよびFe₂O₃の焼結体作製プロセスの検討、FeOおよびFe₂O₃焼結体の高温硬さ試験を行った。

圧縮試験機は現在、室温での動作確認はできたものの、押し棒の温度上昇が大きく、高温試験を実施するに至らなかった。酸化物試料の作製と高温硬さ試験については、FeOの場合、雰囲気焼結では緻密体が得られなかった。そのため、正確な議論ができないが、多孔質FeO焼結体はS55Cとほぼ同程度であるので、緻密な場合はS55Cよりも若干高い値になると推察される。Fe₂O₃は機械的強度がS55CやFeOに比べかなり高い。Fe₂O₃焼結体は、高温においても非

常に脆性であり、高温硬さの粒径依存性はほとんどないことが明らかになった。

5. 謝辞

本研究における高温硬さ試験の遂行において、長岡技術科学大学機械系助教松丸幸司博士に多大なるご協力を得た。この場において感謝の意を表したい。

6. 参考文献

- [1] W. Kollenberg, J. Mater. Sci., 21, 4310-4314 (1986).
- [2] 日高康善, 中川隆久, 安楽敏朗, 大塚伸夫, 日本金属学会誌, 64, 291-294 (2000).
- [3] 岡田光, 塑性と加工, 44, 12-17 (2003).
- [4] 長崎誠三, 平林真編, 二元合金状態図集, アグネ技術センター (2001) p. 316.