

窒素ガスを用いた一方向凝固によるロータス型 ポーラス炭素鋼の作製と機械的性質

榎原 一*・米谷 周*・小尾 孝宏*・玄 丞均*²・鈴木 進補*²・中嶋 英雄*²

Fabrication and Mechanical Properties of Lotus-type Porous Carbon Steel by Unidirectional Solidification in Nitrogen Atmosphere

Makoto KASHIHARA, Hiroshi YONETANI, Takahiro KOBİ, Soong-Keun HYUN, Shinsuke SUZUKI and Hideo NAKAJIMA

Synopsis : Lotus-type porous carbon steel (AISI1018) whose long cylindrical pores are aligned in one direction was fabricated by unidirectional solidification in pressurized nitrogen gas. The ingots with the porosity from 10 to 30% were fabricated under the nitrogen gas pressure of 2.5 MPa at various transference velocities from 40 to 160 $\mu\text{m s}^{-1}$. Tensile strength was measured for Lotus-type porous carbon steel. Elongation was improved due to normalizing at 1200K. The yield strength does not change even in lotus steel less than 20% in porosity.

This superior property is attributed to nitrogen solid solution hardening and pore existence.

Key words : lotus-type porous carbon steel; nitrogen; porous metals; porosity; unidirectional solidification; tensile test.

1. 緒言

製造業を支える工作機械の発展は、近年目覚ましいものがあり、複合・多機能・多軸制御加工機に代表されるように、高能率・高精度加工において、急速に進歩している。また、さらなる高速化・省力化が求められており、構造体の軽量化が必要とされている。工作機械には、鋳物が長年使用されて来ており、現在においてもそうである。しかし、さらに生産性を向上させるために、軽量化、制振性の良さ、熱交換率の向上などの特性を持った材料の開発が望まれている。我々は、それらの特性を期待できる金属として、ロータス型ポーラス金属に注目した¹⁻¹¹⁾。また、ロータス型ポーラス金属は、最近研究され始めたこともあり、特性が不明な点も多い。この材料を研究するに当り、注目している特性以外に、新規特性が見出される可能性もあり、大変興味深い材料である。

我々が使用用途に考えている実用金属である炭素鋼に関するロータス型ポーラス金属については、未だ数件の報告例しかない¹¹⁻¹³⁾。また、通常ロータス型ポーラス金属はポーラス化させ易い水素ガスを用いているが、このロータス型ポーラス炭素鋼の量産化を考えた場合、暴爆性の水素ガスの使用は危険を伴い、また水素脆化が懸念される為、水素ガスの使用は避けることが望ましい。そこで、鉄中への窒化による固溶強化⁶⁾も期待できる暴爆性のない窒素ガスを用いることにした。但し、炭素鋼は熱伝導率が低く、気孔が不均一になり易い、窒素ガスは水素に比べて固液相

間の溶解度ギャップが少なく、気孔が生成し難いなどの問題点がある。本研究では、窒素ガスを用いて様々な圧力条件下でロータス型ポーラス炭素鋼を作製し、その機械的性質を調べたので、その結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 ロータス型ポーラス炭素鋼の作製

本研究で用いた連続帯溶融法によるポーラス金属作製装置^{5,11-13)}は、2.8 MPaの加圧雰囲気まで耐えられるステンレス鋼製の圧力容器であり、溶解および凝固が同一のガス雰囲気下で行なわれる。試料の加熱・溶解には高周波誘導加熱法を用いた。試料棒をコイルの中央を通るように鉛直に保持し、部分的に加熱させつつ移動させることにより連続的に溶解、凝固させる。本実験では、雰囲気ガス圧を2.5 MPaと一定とし、異なる気孔率を得るために、試料の移動速度を変えることによって、Table 1に示す条件で、母材にAISI1018（化学成分はTable 2参照）を使用して、ロータス型ポーラス炭素鋼を作製した。なお、比較のために、同様に連続帯溶融法により、気孔を生成しない不活性ガスであるアルゴンガス圧力2.5 MPa下でのノンポーラス炭素鋼作製、および固液相間の溶解度ギャップが大きく、より気孔が生成し易い水素ガス雰囲気でのロータス型ポーラス炭素鋼作製も行った。

試料移動方向に垂直および平行な断面をワイヤーカット放電加工機（Sodick社製 型式A320D）で切り出し、樹脂

平成19年8月9日受付 平成19年9月19日受理 (Received on Aug. 9, 2007; Accepted on Sep. 19, 2007)

* (株) 森精機製作所 (Mori Seiki Co., Ltd., 201 Midai Iga 519-1414)

* 2 大阪大学産業科学研究所 (The Institute of Scientific and Industrial Research, Osaka University)

包埋及び精研磨した後、光学顕微鏡（KEYENCE社製デジタルマイクロスコープ 型式VH-6300）にて観察した。撮影した断面を、Fig. 1に示した。

気孔率は、2・3項で作製した引張試験片の寸法と質量より求めたかさ密度と、ノンポーラス炭素鋼の真密度から、次式により算出した。

$$P = (\rho_0 - \rho) / \rho_0 \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

ここに P : 気孔率(%)

ρ_0 : 真密度 (g/cm³)

ρ : かさ密度 (g/cm³)

かさ密度を次式で示す。

$$\rho = W/V \dots \dots \dots (2)$$

ここに W : 質量(g)

V : かさ体積 (cm³)

金属部に固溶した窒素含有量は、引張試験を行った試験

Table 1. Fabrication conditions for lotus-type porous carbon steel.

No.	Transference velocity ($\mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$)	Gas pressure (MPa)
1	80	Ar 2.5
2	160	
3	80	
4	40	N ₂ 2.5
5	330	
6	330	H ₂ 1.5 + He 1.0
		H ₂ 2.5

Table 2. Chemical composition of carbon steel AISI 1018 rod.

Element	C	Si	Mn	P	S
Standards	0.15~0.20	—	0.60~0.90	≤0.030	≤0.050
Specimens	0.17	0.29	0.72	0.022	0.020

片の気孔をオープンにした状態まで細断して気孔中の窒素ガスを放出した後、窒素分析装置（LECO社製 型式TC-300）で測定した。

2・2 熱処理

作製したロータス型ポーラス炭素鋼の試料を3%ナイトール（硝酸アルコール）で腐食し、光学顕微鏡（オリンパス社製 BX60M）にて金属組織を観察した。金属組織は、フェライトが針状組織であるウイドマンステッテン組織となっており¹²⁻¹³⁾、一般に軟らかいが脆い性質があり、このままでは構造体に使用できない。金属組織を改善する為に、焼ならし（昇温40 min→1200K×均熱120 min→放冷）を施した。

2・3 引張試験

ワイヤーカット放電加工機（Sodick社製 型式A320D）を用いて、Fig. 2のような形状の引張試験片を切り出した。試験片の切出方向は、作製した試料の移動方向（高周波コイルの移動方向）に平行である。比較のために、焼ならしを施していない試料の引張試験片も作製した。

引張試験機（Instron社製 型式5582）を用いて、室温にて実施した。クロスヘッド速度は、ひずみ0.1までは0.2 mm min⁻¹、0.1以上では0.5 mm min⁻¹とした。

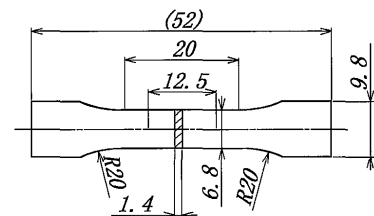


Fig. 2. Sample shape used for tensile tests. (Unit is mm)

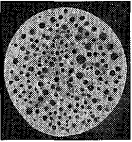
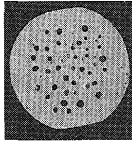
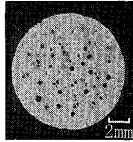
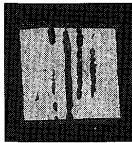
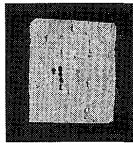
Transference velocity ($\mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$)	40	80	160
Cross section perpendicular to transference direction			
Cross section parallel to transference direction			
Porosity (%)	25.7	16.9	9.2
Nitrogen content (wt%)	0.116	0.125	0.131

Fig. 1. Cross sections of lotus-type porous carbon steel fabricated under nitrogen gas of 2.5 MPa. Transference velocities were 40, 80 and 160 $\mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$.

3. 結果と考察

Fig. 1に、作製したロータス型ポーラス炭素鋼の試料移動方向に垂直及び平行な断面を示した。気孔の成長方向は、丸棒の中心付近では軸方向（丸棒の移動方向）に平行であるが、表面近傍では気孔の成長方向は、軸方向に対してわずかに傾斜している。これは、加圧ガスによる表面からの冷却の影響が大きくなり、凝固方向が斜めとなるためである。

また、移動速度が小さくなるに従い、気孔率も大きくなった。従来、冷却速度を変化させても気孔率はあまり変化しない¹⁾傾向にあるが、今回の結果では明らかに異なっている。この原理は明らかではないが、Fig. 1に示したように、移動速度が大きくなるに従い、母材中に含まれる窒素量は多くなっている。これは、移動速度の増大により過冷却度が増して、過飽和に固溶した窒素が冷却により気泡を形成する過程で、窒素の拡散が水素の場合よりも遅く、気泡の形成に至らず、母材に固溶する窒素が多くなり、形成される気泡が少なくなったためと考えられる。

Fig. 3及び4に、引張試験で得られた応力-ひずみ曲線を示した。引張方向は、試料移動方向と平行である。いずれも、焼ならしを施す前より、焼ならし実施後の結果は、引張強度が低くなり、ひずみ（伸び）が増加している。これは、焼ならしを施すことにより、フェライトが針状組織であり軟らかいが脆い特徴の過熱組織であるウィドマンステッテン組織から、標準的なフェライト+パーライト組織となり、母材硬度が焼ならし前210~233 HVから焼ならし後175~186 HVと低下するとともに、結晶粒が微細化したためと考えられる^{12,13)}。

次に、引張強度 σ_{UTS} と気孔率の関係を、Fig. 5に示した。引張強度は、気孔率が増えるに従い、ほぼ直線的に低下している。焼ならしを施すことにより、硬度が低下する為、焼ならしを施す前より引張強度は低い値となっているが、測定値はばらつきが小さく、破線で示したノンポーラス試料の引張強度と気孔率100%で引張強度0 MPaの点を結ぶ理想直線近くに分布し、金属組織改善の効果が観られる。

一方、降伏強度 σ_y と気孔率の関係を、Fig. 6に示した。降伏強度は、窒素固溶の効果により、ノンポーラス炭素鋼より硬度が高くなっており、気孔率20%程度までノンポーラスと同等の降伏強度を保持している。引張強度と同様に、焼ならしを施すことにより、硬度が低下する為、焼ならしを施す前より降伏強度は低い値となっているが、測定値のばらつきが小さく、窒素ガス加圧下で作製したロータス型ポーラス炭素鋼（気孔率10~30%の分布）の降伏強度は、破線で示したノンポーラス試料の降伏強度と気孔率100%で降伏強度0 MPaの点を結ぶ理想直線より高くなっている。Fig. 5及び6は、試験片の断面 $6.8 \times 1.4 \text{ mm}^2$ より単純に算出した強度（応力）であるが、気孔率分は金属が存

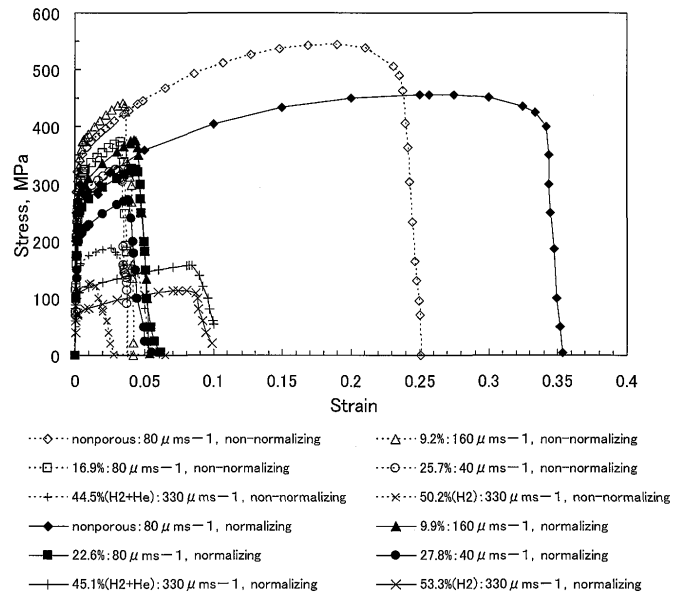


Fig. 3. Stress-strain curves obtained from the tensile tests of lotus-type porous and nonporous carbon steel.

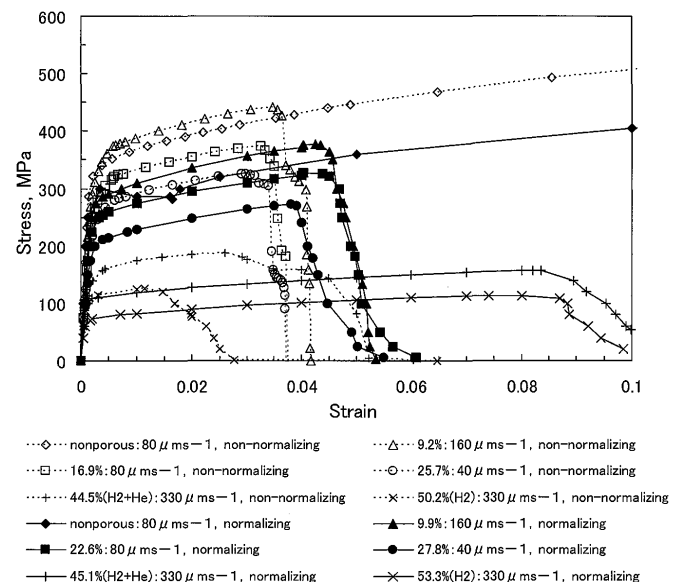


Fig. 4. Stress-strain curves which show the details of the small strain range of Fig. 3.

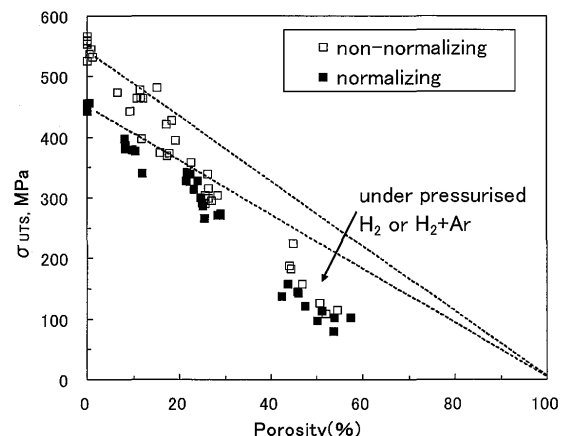


Fig. 5. Porosity dependence of the tensile strength of the lotus-type porous and nonporous carbon steel.

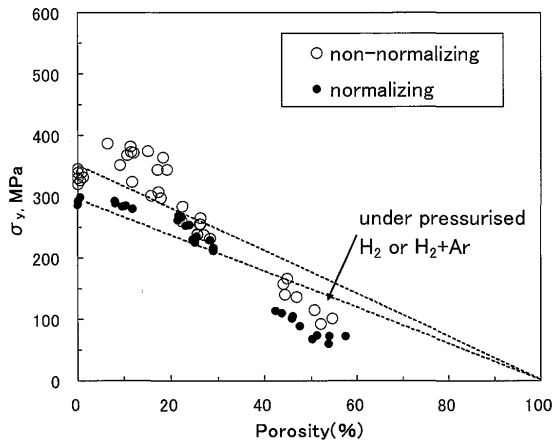


Fig. 6. Porosity dependence of the yield strength of the lotus-type porous and nonporous carbon steel.

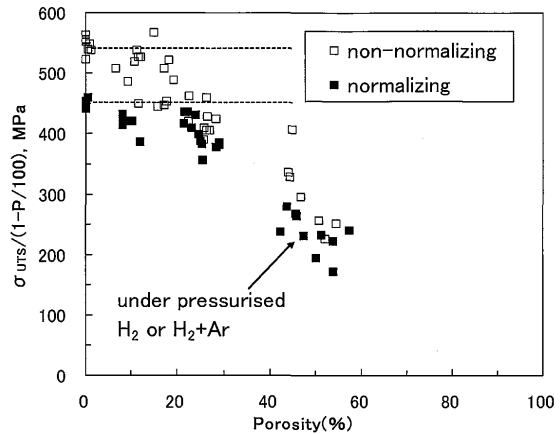


Fig. 7. Porosity dependence of the tensile strength of metallic part in the lotus-type porous and nonporous carbon steel.

在せず、その気孔分の面積を差し引いた強度が金属マトリックス部の強度と考えられる。従って、[金属マトリックス部の強度 = 見かけ上の強度 / (1 - 気孔率 $p/100$)] として算出し、その結果を Fig. 7 及び 8 に示した。金属マトリックス部のみを考慮した引張強度は気孔率が増加するに従い減少しているが、金属マトリックス部のみを考慮した降伏強度は、気孔率が増加するに従い増加しており、特に焼ならしを施していない気孔率 10~20% のロータス型ポーラス炭素鋼にその傾向が強い。一方、水素加圧下で作製したロータス型ポーラス炭素鋼（気孔率 40~60%）は、気孔により減少した面積以上に強度が低下しているのがわかる。

作製した引張試験片の拡大像を Fig. 9 に示した。気孔は長く伸びたロータス型の気孔の他に、一部球状の気孔が点在していた。この球状の気孔は、比例域では部分的に応力集中により塑性変形域となっており、加工硬化により見掛け上、降伏強度を上昇させる。塑性域では逆に応力集中により引張強度を低下させると考えられる。以上のような効果と窒素固溶の効果との相乗効果により、降伏強度が気孔率 20% まで低下しない現象が生じたと考えられる。

引張強度及び降伏強度に焼ならし前後で顕著な違いがあり、破面の形態にも違いが現れていると考え、引張試験片の破面を観察した。Fig. 10 に、各引張試験片の破面の二次電子像を示した。焼ならし前の破面では Fig. 10(a) に示した網目状の浅いディンプルの破面が目立った。これは脆性的であり、延性が小さい材料の破面形態であり、ウィドマンステッテン組織で且つ窒素浸透により硬化している材料の破面形態の特徴と言える。一方、焼ならしを施した破面は Fig. 10(e) に示したように、ディンプルが比較的深く、延性に富んだ破面形態となっている。焼ならし前後両方共観られる破面として Fig. 10(b) 及び 10(g) に示したような破面が観られ、これはパーライト組織に垂直な破壊が生じた時に観られるパーライトコロニーである。また、Fig. 10(f) についても両方に見られるが、破壊形態には関係なく、気孔の

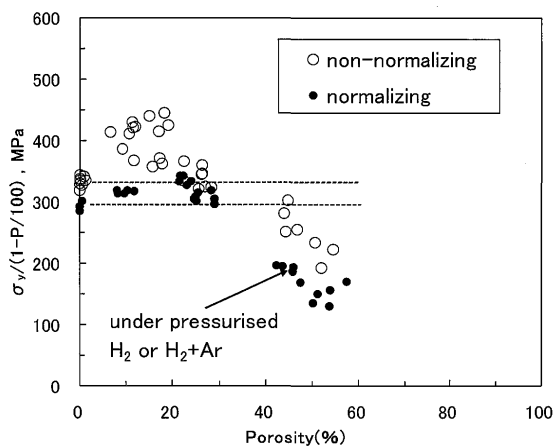


Fig. 8. Porosity dependence of the yield strength of the metallic part in the lotus-type porous and nonporous carbon steel.

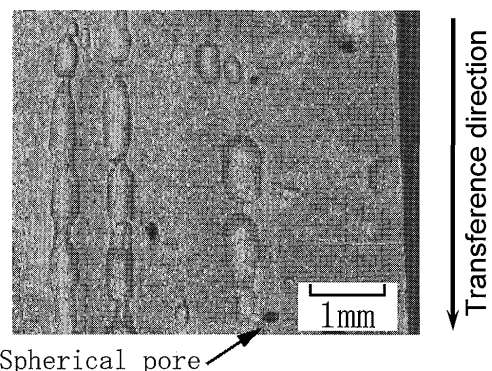


Fig. 9. The cross section parallel to the transference direction of the lotus-type porous carbon steel fabricated under nitrogen gas of 2.5 MPa. Transference velocity is $80 \mu\text{m s}^{-1}$.

内径表面であり、破壊する以前に存在していたものである。また、ノンポーラス炭素鋼の破面は、Fig. 10(d) に示したように焼ならしを施していないものに関して、へき開面が見られた。これは、ウィドマンステッテン組織の脆性モード

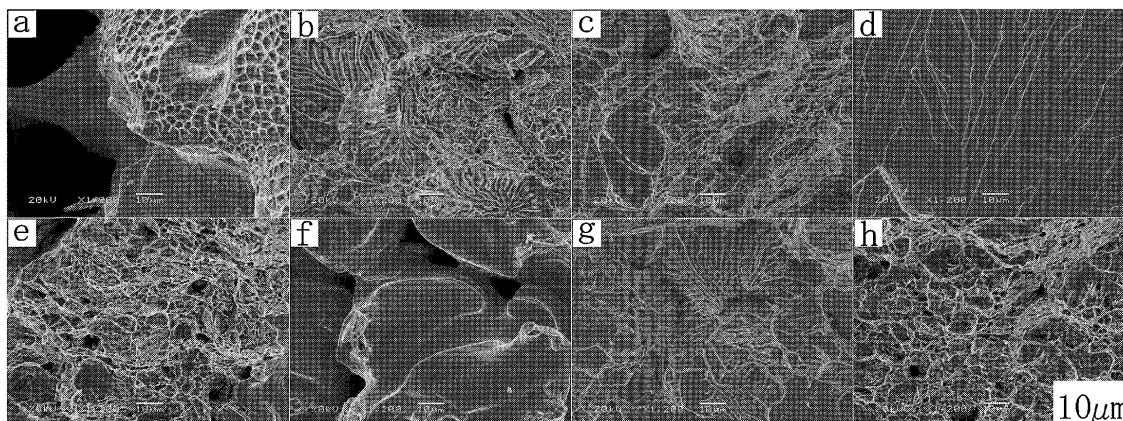


Fig. 10. SEM micrographs of fracture surface after the tensile tests of lotus-type porous and nonporous carbon steel. (a~d) Before normalizing. (e~h) After normalizing. a, e, f: No. 3, transferrence velocity $80 \mu\text{m s}^{-1}$, N_2 2.5 MPa. b, g: No. 2, transferrence velocity $160 \mu\text{m s}^{-1}$, N_2 2.5 MPa. c, d, h: No. 1, transferrence velocity $80 \mu\text{m s}^{-1}$, Ar 2.5 MPa (nonporous carbon steel).

を有する特徴と言える。その他は、Fig.10(c)及び10(h)に示したような延性破壊を示すディンプル破面が観察された。

焼ならしによる引張強度および降伏強度の変化は、以上破面観察の結果からも脆性から延性に富んだ組織に変化したためであるということが明らかになった。

4. 結言

本研究では、連続帯溶融法により2.5 MPa窒素ガス加圧下で、試料丸棒の移動速度を変化させて、気孔率が0~30%のロータス型ポーラス炭素鋼(AISI1018)を作製した。また、作製されたものは、そのままでは構造体としての使用に適さないウィドマンステッテン組織となっており、焼ならしを施した。焼ならし前後に引張試験を実施し、その引張強度及び降伏強度を比較した。焼ならしを施すことにより、引張強度は低下するが、測定値のばらつきが小さくなり、伸びが増加した。また、降伏強度は気孔率20%まで低下しないことが確認された。

一方、焼ならしを施さない場合、ウィドマンステッテン組織であり、金属組織を改善しなければならないと考えて焼ならしを施したが、その金属組織は脆性モードを有する特徴も有し、強度もばらつきが大きい。焼ならしを実施したものより強度が高いことが確認され、適材適所で焼ならしを施さないで使用することも可能であると考えられる。

本研究は、新製造技術プログラム「高度機械加工システム開発事業 機械加工システムの新構造部材の開発 軽量高剛性構造材料と評価技術の開発」の一環として、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託事業として実施したものである。本研究の実施に当たり、ご協力頂いたNEDO及び多くの関係各位のご厚誼に対し、深く感謝の意を表する。

文 献

- 1) T.Ikeda, T.Aoki and H.Nakajima: *Metall. Mater. Trans. A*, **36A** (2005), 77.
- 2) H.Nakajima: *Prog. Mater. Sci.*, **52** (2007), 1091.
- 3) H.Nakajima, S.K.Hyun and K.Murakami: *Mater. Sci. Eng.*, **A299** (2001), 241.
- 4) S.K.Hyun and H.Nakajima: *Mater. Trans.*, **43** (2002), 526.
- 5) T.Ikeda, M.Tsukamoto and H.Nakajima: *Mater. Trans.*, **43** (2002), 2678.
- 6) S.K.Hyun, T.Ikeda and H.Nakajima: *Sci. Technol. Adv. Mater.*, **5** (2004), 201.
- 7) Z.K.Xie, M.Tane, S.K.Hyun, Y.Okuda, and H.Nakajima: *Mater. Sci. Eng., A*, **417** (2006), 129.
- 8) T.Ikeda, H.Hoshiyama and H.Nakajima: *J. Jpn. Inst. Light Met.*, **54** (2004), 388.
- 9) H.Nakajima: *Ferrum*, **6** (2001), 701.
- 10) H.Chiba, T.Ogushi, H.Nakajima and T.Ikeda: *JSME Int. J. Series B*, **47** (2004), 516.
- 11) T.Kujime, S.K.Hyun and H.Nakajima: *Metall. Mater. Trans.*, **37A** (2006), 393.
- 12) M.Kashihara, S.K.Hyun, H.Yonetani, T.Kobi and H.Nakajima: *Scr. Mater.*, **54** (2006), 509.
- 13) M.Kashihara, H.Yonetani, T.Kobi, S.K.Hyun and H.Nakajima: *Porous Metals and Metal Forming Technology*, The Japan Inst. Metals, (2006), 215.