研究論文

MM/SPS プロセスにより作製したハイス鋼/炭素鋼複合調和組織材料の摩耗特性

藤原 弘¹, 續木 雄基², 宮本 博之¹¹ 同志社大学理工学部機械システム工学科, 〒610-0394 京田辺市多々羅都谷 1-3.² 同志社大学大学院理工学研究科機械工学専攻, 〒610-0394 京田辺市多々羅都谷 1-3.Wear Property of Harmonic-Structured Material with High Speed Steel and Mild Steel
Produced by MM/SPS ProcessHiroshi FUJIWARA¹, Yuki TSUZUKI² and Hiroyuki MIYAMOTO¹¹Dept. Mechanical and Systems Engineering, Doshisha University, 1-3 Tatara Miyakodani, Kyotanabe 610-0394, Japan.²Graduate School of Doshisha University, 1-3 Tatara Miyakodani, Kyotanabe 610-0394, Japan.

Received March 23, 2015

ABSTRACT

The harmonic-structured material that consists of a network fine grain region with a high speed steel and a dispersed coarse grain region with a mild steel was fabricated prepared using a mechanical milling and spark plasma sintering process. The wear properties of harmonic-structured materials with the high speed steel volume fraction of 15.4 to 30.0 % were evaluated by the wear test of the ball-on-disk type. The wear property for Vickers hardness of the harmonic-structured material with the high speed steel volume fraction of 30.0 % is superior to various materials such as ferrous, non-ferrous materials and ceramic materials. The wear surfaces of the harmonic-structured materials were observed by the scanning electron microscope and laser microscope. The wear surface observation of harmonic-structured materials reveals that the wear property of the harmonic-structured material depends on the volume fraction of the high speed steel network region. The superior wear property of harmonic-structured material needs approximately 30.0 % of high speed steel volume fraction.

KEY WORDS

harmonic structure, mechanical milling, spark plasma sintering, wear property

1 緒 言

金属材料の強化法の一つである結晶粒微細化強化は、結晶粒径を小さくすることで転位の運動の妨げとなる結晶粒界の割合を増加させ、材料を高強度化させる方法である。材料の結晶粒径と強度との間には密接な関係があり、結晶粒径を小さくすればするほど材料は高強度になるが、均一ナノ結晶粒径をもつ金属材料は、塑性不安定の早期発現により必ずしも十分な延性が得られないことが報告されている^{1,2)}。それに対して、微細結晶粒と粗大結晶粒とで構成されている調和組織材料は、高強度であるとともに十分な延性を示すことが報告されている³⁻⁸⁾。調和組織とは、3次元のネットワーク状に配置された微細結晶粒領域（以下、ネットワーク部）とネットワーク部の間に分散配置された粗大結晶粒領域（以下、分散部）とを有する組織である。これまでの研究により、調和組織材料では、ネットワーク部は主に強度の向上に寄与し、分散部は主に延性の維持に寄与することが報告されている³⁾。

さらに、ネットワーク部と分散部に異なる材料を適用した複合的な調和組織材料として、ネットワーク部にハイス鋼をそして分散部に炭素鋼を有する複合調和組織材料も、高強度かつ高延性を示すことを明らかにした⁹⁾。そして、その優れた機械的特性を示すメカニズムは、ネットワーク領域で発生するクラックの伝播を分散領域の塑性変形により抑制するため、すぐに破断せずに分散領域の塑性変形により延性を維持することを明らかにした¹⁰⁾。しかしながら、これまでの調和組織制御に関する研究では、主に硬さ試験や引張試験による機械的特性の評価が行われており、他の機械的特性に関連する評価はあまり行われていない。ハイス鋼/炭素鋼複合調和組織材料では、ネットワーク部のハイス鋼は優れた摩耗特性を示すことが知られているが、このような耐摩耗性に優れた材料がネットワーク状に配置された複合調和組織材料の摩耗特性については未だ不明である。そこで、本研究では、メカニカルミリング (Mechanical Milling: MM) 法および放電プラズマ

焼結 (Spark Plasma Sintering: SPS) 法により作製したハイス鋼/炭素鋼複合調和組織材料のハイス鋼体積率 15%~30% のときの摩耗特性について詳細に検討を行った。

2 実験方法

供試材粉末として、ガスアトマイズ法により作製したハイス鋼粉末 (平均粒子径 35 μm , 山陽特殊製鋼社製) およびプラズマ回転電極法¹¹⁾により作製した炭素鋼粉末 (平均粒子径 142 μm , 福田金属箔粉工業社製) を用いた。それぞれの粉末の化学組成を Table 1 および Table 2 に示す。MM 処理には、FRITSCH 社製 P-6 遊星型ボールミル装置において、SKD11 製ミリング容器および SUJ2 製ボールを用いた。まず、ハイス鋼の初期粉末 (平均粒子径 35 μm) を回転速度 300 rpm, MM 時間 90 ks で MM 処理を行った。このハイス鋼粉末と炭素鋼の初期粉末 (平均粒子径 142 μm) を、ハイス鋼体積率 15.4, 20.0, 25.0, 30.0% の割合で混合し、回転速度 100 rpm, MM 時間 90 ks で MM 処理を行った。得られた MM 粉末を、住友炭鉄業社製の SPS 装置 (SPS-510L) を用い、焼結圧力は 100 MPa, 昇温速度 1.6 K/s で 1173 K まで昇温し、1173 K で 1.8 ks 保持した後、降温速度 0.3 K/s で 1073 K まで降温し、1073 K で 1.8 ks 保持し、降温速度 0.2 K/s で室温まで冷却することにより、SPS 焼結体を得た。SPS 焼結体の組織観察用試料は、機械研磨により鏡面仕上げした後、粉末断面および SPS 焼結体断面をエッチング液 ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} = 90 \text{ mass\%}$, $\text{HNO}_3 = 10 \text{ mass\%}$) で腐食させることにより作製した。微細組織観察には、走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM, 日本電子社製 JSM-7001FD) を用いた。SPS 焼結体の機械的性質を評価するため、ビッカース硬さ試験および摩耗試験を行った。ビッカース硬さ試験はマツザワ社製ビッカース硬さ試験機 (VMT-7) を用い、負荷荷重 30 N, 保持時間 15 s の条件で 10 回測定し、その平均値を求めビッカース硬さを算出した。摩耗試験には CSM Instruments 社製のボールオンディスク型トライボメータ (TRB12-289) を用いた。回転する直径 15 mm のディスク型の SPS 焼結体に対して、上方から固定された直径 6 mm の SUJ2 製ボールを接触させて負荷をかけ、試験後の摩耗量を測定した。負荷荷重は 10 N, 回転半径は 6 mm, 回転速度は 300 mm/s, 摺動距離は 4000 m とした。摩耗特性の評価に用いた比摩耗量は、JIS R1613 を参考にし、摺動円の 90° 毎の 4 つの摩耗断面の平均から算出した摩耗体積を負荷荷重と摺

動距離で除した値である。また、試験後の試験片における摺動面の観察にはキーエンス社製レーザー顕微鏡 (VK-X210) を用いた。

3 実験結果および考察

Fig. 1 に、ハイス鋼体積率 15.4~30.0% のハイス鋼/炭素鋼複合調和組織材料のビッカース硬さ試験結果を示す。Fig. 1 は横軸にハイス鋼体積率を示し、縦軸にビッカース硬さを示している。ハイス鋼体積率が増加するにつれてビッカース硬さも線形的に増加しており、ハイス鋼/炭素鋼複合調和組織材料のビッカース硬さはハイス鋼体積率に依存している。

Fig. 2 にハイス鋼体積率 15.4~30.0% のハイス鋼/炭素鋼複合調和組織材料の摩耗試験結果を示す。Fig. 2 は横軸にハ

Fig. 1 Relationship between Vickers hardness and the volume fraction of high speed steel of the harmonic-structured materials.

Fig. 2 Relationship between the specific wear rate and the volume fraction of high speed steel of the harmonic-structured materials.

Table 1 Chemical composition of high speed steel (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	W	Fe
1.298	0.29	0.37	0.016	0.011	4.28	4.87	2.84	5.89	Bal.

Table 2 Chemical composition of mild steel (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Fe
0.27	0.19	0.48	0.014	0.015	0.02	0.02	0.12	Bal.

イス鋼体積率を示し、縦軸に比摩耗量を対数軸で示しており、この複合調和組織材料のネットワーク部を構成しているハイス鋼および分散部を構成している炭素鋼の比摩耗量の測定結果も併せて示している。ハイス鋼体積率 15.4, 20.0, 25.0 % の複合調和組織材料は、ハイス鋼と炭素鋼のそれぞれの比摩耗量を結んだ直線近傍に位置する。一方で、ハイス鋼体積率 30.0 % の複合調和組織材料は、急激に比摩耗量が低下し、ハイス鋼体積率 15.4~25.0 % の複合調和組織材料と比較して優れた摩耗特性を示す。

Fig. 3 は、Fig. 2 で示したハイス鋼／炭素鋼複合調和組織材料およびハイス鋼と炭素鋼を含む種々の材料の比摩耗量と硬さの関係を示している。Fig. 3 は横軸にビッカース硬さを示し、縦軸に比摩耗量を対数軸で示している。また、参考文献より調べた種々の材料において、○は鉄鋼材料¹²⁻¹⁴⁾を、△は非鉄材料¹⁵⁾を、そして+はセラミックス材料¹⁶⁾を示している。摩耗試験では、一般的に硬さが増加すると比摩耗量は減少することが知られているが¹⁷⁾、比摩耗量の値は試験方法、相手材、雰囲気条件などにより大きく変化するため、Fig. 3 のプロットは広範囲に分布している。しかしながら、おおむね硬さの増加とともに比摩耗量が減少していることがFig. 3 から確認できる。ハイス鋼体積率 15.4~30.0 % の複合調和組織材料も種々の材料と同様に硬さの増加とともに比摩耗量が減少している。特に、ハイス鋼体積率 30.0 % の複合調和組織材料はビッカース硬さ 245 Hv で比摩耗量 $4.1 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$

である。このハイス鋼体積率 30.0 % の複合調和組織材料は比較的小さい硬さであるにもかかわらず、その比摩耗量は小さく、種々の材料と比較しても優れた摩耗特性を示すことがわかる。

Fig. 4 に、ハイス鋼体積率 15.4~30.0 % の複合調和組織材料の非摺動面および摺動面の SEM 組織写真を示す。Fig. 4 (a), (c), (e), (g) は、それぞれハイス鋼体積率 15.4 %, 20.0 %, 25.0 %, 30.0 % の複合調和組織材料の非摺動面における SEM 二次電子像写真である。Fig. 4 (b), (d), (f), (h) は、それぞれハイス鋼体積率 15.4 %, 20.0 %, 25.0 %, 30.0 % の複合調和組織材料の摩耗試験後の摺動面の SEM 反射電子像写真である。Fig. 4 (a), (c), (e), (g) よりハイス鋼／炭素鋼複合調和組織材料では、ネットワーク状のハイス鋼領域とその間に分散する炭素鋼領域が観察される。Fig. 4 (e) は鮮明ではないが、炭素鋼領域では、明るいコントラストのパーライト粒と暗いコントラストのフェライト粒が観察される。このような組織全体で連結されたネットワーク構造を有するハイス鋼／炭素鋼複合調和組織材料は、優れた引張特性を示すことが明らかとなっている^{9,10)}。Fig. 4 より、Table 2 に示す炭素量に対する炭素鋼領域のパーライト量としては多く観察されるが、これはネットワーク領域のハイス鋼からの炭素の拡散のためである。そのため、ハイス鋼領域の硬さは若干低下していると考えられるが、Fig. 3 に示すように、いずれの複合調和組織材料も優れた摩耗特性を示している。Fig. 4 (b), (d), (f) に示すように、ハイス鋼体積率 15.4~25.0 % の複合調和組織材料の摺動面では調和組織材料の特徴であるネットワーク構造を確認しにくい。Fig. 4 (h) のハイス鋼体積率 30.0 % の複合調和組織材料の摺動面では、ネットワーク構造を容易に確認することができる。このことは、Fig. 2, 3 に示すように、ハイス鋼体積率 30.0 % の複合調和組織材料は優れた摩耗特性を示すため、摩耗損傷が少ないことに起因している。

次に、比摩耗量に大きな差が生じるハイス鋼体積率 25.0 % と 30.0 % の複合調和組織材料の摺動面をレーザー顕微鏡により観察した。Fig. 5 に、ハイス鋼体積率 25.0 % の複合調和組織材料の摺動面のレーザー顕微鏡観察結果を示す。Fig. 5 (a) は、レーザー顕微鏡写真であり、(a) に示される赤線上の表面粗さを (b) に示しており、(a) のトポグラフィーを (c) に示している。Fig. 5 (b) より、摺動面では摩耗が激しい部分とそうではない部分が存在するが、凹凸の変化はなめらかである。Fig. 5 (c) より、摩耗が激しい部分は摺動方向に沿って大きく損傷しており、ネットワーク領域や分散領域に関係なく摩耗されている。Fig. 6 に、ハイス鋼体積率 30.0 % の複合調和組織材料の摺動面のレーザー顕微鏡観察結果を示す。Fig. 6 (a) は、レーザー顕微鏡写真であり、(a) に示される赤線上の表面粗さを (b) に示しており、(a) のトポグラフィーを (c) に示している。Fig. 6 (b) より、Fig. 5 (b) と同様に摩耗が激しい部分とそうではない部分が存在するが、その凹凸は急激に変化している。Fig. 6 (c) より、摩耗が激しい部分の大きさはおよそ $50 \mu\text{m}$ 以下の粒状で分散して存在している。Fig. 5, 6 に示されるように、ハイス鋼体積率 25.0 % と

Fig. 3 Relationship between the specific wear rate and Vickers hardness of the various materials.

Fig. 4 SEM micrographs of the harmonic-structured materials with the high speed steel volume fraction of 15.4 % (a, b), 20.0 % (c, d), 25.0 % (e, f) and 30.0 % (g, h) before (a, c, e, f) and after (b, d, f, h) the wear test.

30.0 %の複合調和組織材料の摩耗形態は異なることがわかる。ボールオンディスク型の摩耗試験において、ボールによる摩耗はすべり摩耗であり、すべり摩耗にはアブレシブ摩耗と凝着摩耗の2通りの摩耗形態が存在する。アブレシブ摩耗では、硬い突起により塑性変形を伴いながら切削されるように摩耗が起こり、凝着摩耗では、ボールと材料との間の接触圧力によるせん断力による凝着部分の破壊により摩耗が起こる¹⁸⁾。Fig. 5, 6の結果より、ハイス鋼体積率25.0 %以下では、アブレシブ摩耗が、30.0 %以上では凝着摩耗が支配的な

摩耗形態であることがわかる。ハイス鋼体積率25.0 %以下の複合調和組織材料では、ネットワーク領域と分散領域に関係なく一様に摩耗される。一方で、ハイス鋼体積率30.0 %の複合調和組織材料においては、炭素鋼で構成される分散部の一部が凝着摩耗により剥離したように摩耗され、ハイス鋼で構成されるネットワーク領域はあまり摩耗されないために、比摩耗量は急激に減少するのであろう。このことから、ネットワーク領域のハイス鋼の耐摩耗性が、複合調和組織材料の摩耗特性に大きく影響することがわかる。これは、ハイ

Fig. 5 (a) Laser microscope image of the wear surface of the harmonic-structured material with the high speed steel volume fraction of 25.0 %. (b) The selected roughness profile of the red line in (a). (c) Color surface topography of (a).

Fig. 6 (a) Laser microscope image of the wear surface of the harmonic-structured material with the high speed steel volume fraction of 30.0 %. (b) The selected roughness profile of the red line in (a). (c) Color surface topography of (a).

ス鋼／炭素鋼複合調和組織材料では、ネットワーク状のハイス鋼が材料全体で連結されていることにより、摩耗試験時の摺動面に加わるせん断力はハイス鋼領域全体で受けることができるためであると考えられる。2つの炭素鋼領域に挟まれたハイス鋼領域の中央部の幅を20点測定し、その平均値をネットワーク幅とした。ネットワーク幅はハイス鋼体積率15.4%で11.9 μm 、20.0%で13.2 μm 、25.0%で14.7 μm 、そして30.0%で16.3 μm であり、ハイス鋼体積率の増加とともにネットワーク幅は増加し、そして摩耗によるせん断力に対する抵抗も大きくなる。今回のハイス鋼／炭素鋼複合調和組織材料のボールオンディスク型摩耗試験では、ハイス鋼体積率30.0%以上でネットワーク幅約16 μm 以上のとき、ネットワーク領域のハイス鋼による摩耗損傷が軽減され、アブレシブ摩耗が起きにくいことにより、優れた摩耗特性を示したと考えられる。

4 結 言

ハイス鋼体積率15.4%～30.0%のハイス鋼／炭素鋼複合調和組織材料をメカニカルリング法および放電プラズマ焼結法により作製し、ボールオンディスク型摩耗試験により摩耗特性を評価した。ハイス鋼体積率の増加とともに、ハイス鋼／炭素鋼複合調和組織材料のビッカース硬さは増加し、比摩耗量は減少する。ハイス鋼／炭素鋼複合調和組織材料は、ハイス鋼体積率30.0%になると、ビッカース硬さが245 Hv、比摩耗量が $4.1 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ となり、急激に比摩耗量が減少し摩耗特性が優れることが明らかになった。ハイス鋼体積率25.0%以下では、アブレシブ摩耗が、30.0%以上では凝着摩耗が支配的な摩耗形態である。ハイス鋼体積率30.0%以上では、耐摩耗性に優れたネットワーク状のハイス鋼領域のためアブレシブ摩耗が起きにくいことにより、優れた摩耗特性を示す。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、摩耗試験の実施や、多大な協力およびアドバイスを賜りました地方独立行政法人鳥取県産業技術センターの今岡睦明様に深く感謝の意を表します。また、本研究は、公益財団法人JFE21世紀財団の技術研究助成を受けて遂行されました。ここに謝意を表します。

文 献

- 1) N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito, Y. Minamino: "Strength and Ductility of Ultrafine Grained Aluminum and Iron Produced by ARB and Annealing", *Scripta Mater.*, **47** (2002) 893-899.
- 2) N. Tsuji, N. Kamikawa, R. Ueki, N. Takata, H. Koyama, D. Terada: "Managing Both Strength and Ductility in Ultrafine Grained Steels", *ISIJ Int.*, **48** (2008) 1114-1121.
- 3) H. Fujiwara, R. Akada, A. Noro, Y. Yoshita, K. Ameyama: "Enhanced Mechanical Properties of Nano/Meso Hybrid Structure Materials Produced by Hot Roll Sintering Process", *Mater. Trans.*, **49** (2008) 90-96.
- 4) H. Fujiwara, T. Sekiguchi, K. Ameyama: "Mechanical properties of pure titanium and Ti-6Al-4V alloys with a new tailored nano / meso hybrid microstructure", *Int. J. Mater. Res.*, **100** (2009) 769-799.
- 5) K. Ameyama, H. Fujiwara: "Creation of Harmonic Structure Materials with Outstanding Mechanical Properties", *Mater. Sci. Forum*, **706-709** (2012) 9-16.
- 6) K. Ameyama, H. Fujiwara, T. Sekiguchi, Z. Zhang: "Microstructure and Mechanical Properties of Hetero-Structure Metallic Materials Produced by Harmonic Structure Design", *Bull. Iron Steel Inst. Jpn.*, **17** (2012) 9-14.
- 7) M. Ota, K. Shimojo, S. Okada, S. K. Vajpai, K. Ameyama: "Harmonic Structure Design and Mechanical Properties of Pure Ni Compact", *J. Powder Metall. Min.*, **3** (2014) 1000122.
- 8) C. Sawangrat, O. Yamaguchi, S. K. Vajpai, K. Ameyama: "Application of Harmonic Structure Design to Biomedical Co-Cr-Mo Alloy for Improved Mechanical Properties", *Mater. Trans.*, **55** (2014) 99-105.
- 9) Y. Yamada, H. Fujiwara, H. Miyamoto, K. Ameyama: "Microstructure and Mechanical Properties of High Speed Steel/Carbon Steel Composite with Harmonic Structure", *J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy*, **60** (2013) 160-166.
- 10) H. Fujiwara, Y. Tsuzuki, H. Miyamoto, K. Ameyama: "Deformation Mechanism of Harmonic-Structured Composite with High Speed Steel and Mild Steel by MM/SPS Process", *J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy*, **61** (2014) 526-530.
- 11) M. Tokizane, K. Isonishi: "Production of Uniformly-sized Spherical Powder by Plasma Rotating Electrode Process and Its Applications to Some Intermetallics Powders", *J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy*, **39** (1992) 1137-1344.
- 12) T. Takahashi, T. Abe, T. Sakurai, Y. Mizutani: "Influence of Hardness on the Sliding Wear Characteristics of Cast Iron", *Tohoku Kogyo-gijyutu-sikenjyo Houkoku*, **15** (1982) 28-31.
- 13) Y. Shimizu: "Tribological Properties and Applications of High Silicon Precipitation Hardened Stainless Steel", *J. Jpn. Soc. Tribol.*, **52** (2007) 107-113.
- 14) K. Notomi, N. Kawai: "Mechanical Properties of As-HIPed High-Carbon High-Chromium P/M Tool Steel", *J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy*, **36** (1989) 87-92.
- 15) T. Shinoda, S. Kang, H. Jeong, Y. Kato: "Improvement of wear resistance of aluminum alloy by plasma transferred arc welding process", *J. Jpn. Inst. Light Met.*, **49** (1999) 432-437.
- 16) A. Wakigawa, S. Aiyoshizawa, K. Takagi, D. Konno: "A Study of Ceramic Bearings for Vertical Pumps", *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. Series B*, **53** (1987) 2094-2098.
- 17) S. Sasaki, M. Shima, S. Noguchi, T. Hirayama, T. Jibiki, K. Adachi, K. Miyake: *A 1st Course in Tribology*, Kodansha, (2013) 127.
- 18) S. Sasaki, M. Shima, S. Noguchi, T. Hirayama, T. Jibiki, K. Adachi, K. Miyake: *A 1st Course in Tribology*, Kodansha, (2013) 112.