研究速報

粉末高速度鋼の密度，抗折力に及ぼす HIP 条件の研究*

河合 伸泰**，滝川 博**，石井 勝**
古田 誠矢**，井上 陽一***

N. Kawai, H. Takigawa, M. Ishi, S. Furuta and Y. Inoue: A Study of HIP Conditions Influencing Density and Bending Strength of P/M High Speed Steel.

For establishing an optimum HIP condition to obtain high productivity, changes in density and bending strength were studied relating to various HIP conditions.

The results were summarized as follows:

- 1) The combination of 1100°C, 400 kg/cm², and 30 minutes is enough for obtaining the theoretical density, and that of 1200°C, 400 kg/cm², and 30 minutes is enough for reaching a saturation in bending strength.
- 2) The bending strength can be approximately expressed as a function of only the density.
- 3) The pressure plays a fundamental part of densification caused by plastic and creep deformation especially at the lower density region. The temperature is important for increasing diffusion to densify and to improve strength, especially near the theoretical density region, as well as for assisting the role of pressure by decreasing deformation resistance. The holding time is instrumental in the progress of creep and in the completion of sintering.

(Received July 19, 1978)

I 緒 言

HIP 装置を用いて粉末高速度鋼(以下粉末ハイスとよぶ)を製造する技術は種々紹介されており¹⁾，近年その研究は極めて盛んである。すでに欧米では一部企業化されているが，粉末ハイスを製造する場合に最適な HIP 条件を選択することは品質上，経済上極めて重要である。HIP 条件の主要因は温度，圧力，時間であり，良品質で経済性の高い製品を得るためには，これら主要因の組み合わせの決定が必要である。すでに粉末ハイスの HIP 条件に関する 2, 3 の研究結果が報告されているが²⁻⁵⁾，粉末の緻密化現象についてはあまり明らかにされていない。著者らは粉末の緻密化と焼結体の機械的性質の向上の過程をより詳細に検討することによって，温度，圧力，時間の役割を明らかにし，最適な HIP 条件を把握することを目的に研究を行なったので，結果の一部を以下に報告する。

II 実験方法

原料粉末は N₂ ガスアトマイズにより製造した。粉末特性を Table 1 に示す。寸法効果が影響しないように外径が 30mm の小さな軟鋼製の金属カプセルに粉末を充填し，内部を真空脱気したのちカプセルを封入した。HIP の保持条件は，1200°C を越えると熔融する恐れがある

ため温度は 1000~1200°C，圧力は 100~1200 kg/cm²，保持時間は温度，圧力によって 0~120 min. のなかから選択し，緻密化の経過が判断できるようにした。HIP 焼結体は完全焼鈍し密度測定，抗折試験および抗折試験片破面の SEM 観察を行なった。なお抗折試験片は 5×10×30 mm で 4 個の測定値の平均を求めた。

III 実験結果および考察

III-1 密度に及ぼす圧力，温度の影響

Fig. 1 は，保持時間を 30 min. とした時の圧力と密度の関係を，温度をパラメータとして示したものである。一定温度では，密度は明らかに圧力の上昇とともに理論値に近づく。理論値に到達するのに要する圧力は，当然ながら温度の上昇とともに減少し，1200°C ではわずか 250 kg/cm² 程度で真密度になるのに対して，1000°C では 1200 kg/cm² でもなお 99% 程度である。

III-2 密度に及ぼす圧力，時間の影響

温度が 1100°C の場合の測定結果を Fig. 2 に示す。保持時間が 0 min. でも 700 kg/cm² で真密度化しているが，本実験における昇温時間が 80 min.であることを考慮す

* 昭和53年5月本協会春季大会にて発表，昭和53年7月19日受理

** (株) 神戸製鋼所，中央研究所

*** 同・機械研究所，〒651 神戸市葺合区脇浜町1-3-18

Table 1 Characteristics of atomized powder (Modified SKH55).

Composition (%)								Particle size (mesh)	Mean particle dia. (μ)	Tap density (g/cm ³)
C	Cr	Mo	W	V	Co	O	N			
1.04	4.14	6.30	6.40	2.40	5.17	0.01	0.02	-80	93	5.7

Fig. 1 Density ratio as a function of P, T. ($t=30$ min) Fig. 2 Density ratio as a function of P, t. ($T=1100^{\circ}\text{C}$)

れば、加圧下における昇温過程で真密度化が完了したものと考えられる。また 30 min. 120 min. の保持時間の場合は、それぞれ 400 kg/cm², 300 kg/cm² の低い圧力で真密度化することが示されている。

Fig. 3 には参考までに粉末ハイスについての他の研究結果^{2,3)}を比較して示す。温度はいずれも 1100°C であるが、本実験結果は保持時間が 30 min. と短いにもかかわらず、他の結果に比べて真密度化圧力が非常に低いことが示されている。これらの実験では、粉末の製法、粒度などの粉末特性、前処理法、実験方法が異なるため、Fig. 3 の結果の解明には今後の詳細な比較検討が必要であろう。

Ⅲ-3 抗折力に及ぼす圧力、温度の影響

保持時間が 30 min. の場合の関係を Fig. 4 に示す。温度が 1000°C, 1050°C の場合、抗折力は圧力の上昇とともに増加するが、次第にその増加程度は減少し、圧力をさらに高めてもじゅうぶんな値に到達することは容易ではないと思われる。これに対して 1100°C 以上の温度では

圧力の上昇とともに一定の飽和抗折力 (240 kg/mm²) に漸近する。しかし、ここで Fig. 1 と比較すると、たとえば Fig. 1 において 1050°C の場合 1000 kg/cm² 以上で真密度化しているが、Fig. 4 において同じ温度での抗折力は、高い圧力を与えても容易に飽和値には達しない。同様に温度が 1100°C の結果を比較すると、密度が飽和値に達する圧力 (400 kg/cm²) と抗折力が飽和するために必要な圧力 (900 kg/cm²) との間にはかなりの差異がある。換言すれば、密度が真密度となる HIP 条件でも、なお機械的性質はじゅうぶんではなく、飽和抗折力を得るためには真密度を得るよりも高い条件が必要である。

Ⅲ-4 抗折力に及ぼす圧力、時間の影響

Fig. 5 は温度が 1100°C の場合の抗折力に及ぼす圧力、時間の影響を示す。Fig. 1 と Fig. 4 の対応関係はすでに前項で述べたが、Fig. 2 と Fig. 5 の関係も同様であり、飽和抗折力を得るためには真密度が得られる圧力および時間よりもより高い条件を要することが示されている。

Fig. 3 Comparison with other experiments. ($T=1100^{\circ}\text{C}$) Fig. 4 Bending strength as a function of P, T. ($t=30$ min)

Fig. 5 Bending strength as a function of P, t . ($T=1100^{\circ}\text{C}$)

このような現象は HIP 焼結における温度、圧力、時間のそれぞれの役割を示している。緻密化過程において圧力の効果は極めて大きく、かつその傾向は高温になるほど強くなる。これは圧力により粉末が加圧されて塑性変形し、時間の経過とともにクリープが進行しつつあることと対応する。この時、温度は変形抵抗を低下せしめ、クリープ速度を高める役割をはたしている。また、密度が100%に近づくと圧力の効果よりも温度の効果がより大きく寄与すると思われるが、これはより高温に保持することによって、拡散による焼結が急速に進行していることを意味している。このような温度と圧力の役割については、後述の写真観察によってさらに検討を加える。

III-5 密度と抗折力の関係

Fig. 6 には種々の HIP 条件で得られた密度と抗折力の関係を示す。1000°C、1050°C の時の抗折力が他の場合より全般的に低い値を示しているが、これは前項で説明したようにじゅうぶんな拡散が進行していないためと思われる。

III-6 写真観察

Photo. 1 は密度比が約99%の抗折試験片破面の SEM 写真である。HIP の温度が低くて圧力が高い場合と、温

Fig. 6 Relation between density ratio and bending strength.

度が高く圧力が低い場合を比較したものであるが、その組織には大きな相違が認められる。つまり、低温高圧の場合は粉末粒子は極めて大きな塑性変形を受けているが、破面にはもとの粒子の形が明瞭に認められ、個々の粒子結合のほとんどなされていない部分が多数認められる。いっぽう、高温低圧の破面では、もとの粒子の形が認めがたく、前者より強い粒子結合がなされている。これは Fig. 6 で密度に対する抗折力が温度により2群に区別され、温度の高い方が同じ密度でも高い抗折力を示すことをすでに述べたが、破面観察でも温度が高いほど粒子の結合は強いことが示されている。このように HIP を用いて焼結する場合には、圧力とともに温度も極めて

Photo. 1 Fracture surface of bend-test specimens having about 99% relative density.

重要なことがわかる。まず HIP 焼結の初期においては、温度とともに圧力を加えるために粉末粒子は塑性変形し、粒子の接触面積が増大するために通常の焼結よりネックは成長しやすくなり、容易に収縮、緻密化が進行するものと考えられる。つぎに焼結後期においては、終局的に孤立した空隙が体積を減じて全体として緻密化が完了される段階がある。この空隙の収縮機構については数多くの理論が示されているが⁹⁾、空隙と結晶粒界との間には極めて密接な関係があるようである。つまり単結晶より結晶粒界を含む系、粗大な結晶粒より微細結晶粒を含むものが焼結により速やかに緻密化するという事実は一般的であり、たとえば Nabarro-Herring の次式⁷⁾によりこの関係は見い出される。

$$dD/dt = (AD_0\sigma_0\delta^3)/(a^2G^2kT)$$

ここで D : 密度比 δ : 原子半径
 t : 時間 a : 補正係数
 A : 定数 G : 結晶粒度
 D_0 : 自己拡散係数 k : ボルツマン定数
 σ_0 : 加圧力 T : 温度

このためハイスのような結晶粒界を含む材料を HIP した場合、前述のように焼結の初期には圧力の助けにより粉末粒子は塑性変形して、容易にネックが成長し、ある程度緻密化が進行する。つぎに密度が上昇して空隙が孤立するようになれば、HIP の場合は通常の焼結より処理温度が低いので結晶粒が粗大化せず、空隙が系外へ拡散するための径路がより数多く存在すること、および上式に示されるように圧力の相乗効果により容易に緻密化が完了するものと考えられる。

IV 結 言

ハイス粉末の緻密化と焼結体の機械的性質に及ぼす

HIP の温度、圧力、時間の役割を検討し、次の結果が得られた。

1) 1100°C, 400 kg/cm², 30 min. ではほぼ真密度化し、1200°C, 400 kg/cm², 30 min. でじゅうぶんな抗折力に達するなど、従来の粉末ハイスに必要なとされた条件を大幅に引き下げることが示された。

2) 1100°C 以上の温度においては、抗折力は近似的には HIP 条件によらず密度だけの関数として示されるようである。しかし、ほとんど真密度に達した後も抗折力は増加しその上限に近づく。

3) 上記実験および写真観察の結果、圧力とはくに低密度域で塑性変形、クリープによる緻密化に有効であり、温度は塑性変形、クリープ変形を助けるとともに、とくに高密度域での拡散に有効に作用する。時間は当然クリープおよび拡散の進行に有効である。

文 献

- たとえば, P. Hellman: Iron and Steel, (1970), 49; K. Zander: Powder Met. Intern., **2** (1970), 129; J. J. Obrzut: Iron Age, **14** (1971), 51; S. B. Lasday: Industrial Heating, May (1977), 12.
- I. Strömblad: Proc. ICSTIS, Suppl. Trans. ISIJ, **11** (1971), 319.
- I. Ya. Kondratov, N. G. Minaev, A. S. Nekhamkin, L. A. Nikitina, Yu. G. Orlov and E. N. Smirnova: Poroshkovaya Metallurgiya, **137** (1974), 96.
- 滝川, 石井, 井上: 粉体粉末冶金協会昭和51年度秋季大会講演概要集, (1976), 72.
- 竹内: 粉末および粉末冶金, **24** (1977), 223.
- たとえば, F. N. Rhines, C. E. Birchenall and L. A. Hughes: J. Met. Trans. AIME, **188** (1950), 378; J. E. Burke: Ceramic Fabrication Process, (1950), 120; R. L. Coble: J. Appl. Phys., **41** (1970), 4798; M. Basaran, T. Z. Kattamis, R. Mehrabian and M. C. Flemings: Met. Trans., **4** (1973), 2429.
- C. Herring: J. Appl. Phys., **21** (1950), 437.

新 入 特 別 会 員

(昭和53年12月20日現在)

団 体 名	口数	所 在 地	担 当 者 名	業 務 内 容
日本サンドビック製造(株)	1	989-45 宮城県栗原郡瀬峰町藤沢字新田沢24	熊 谷 真 一 郎	超硬合金製造業
日 本 金 属(株)	1	100 東京都千代田区丸ノ内3-3-1	野 間 金 男	○冷間圧延ステンレス鋼帯, みかき特殊帯鋼, ベーナイト鋼帯の製造販売, ○コールドロールフォーミング製品, ステンレスぜんまいの製造販売, ○電磁製品, 電気機械器の製造販売