研 究

高強度 MIM 焼結合金鋼の疲労破壊試験

馬場 剛治^{☆1}, 山西 祐司^{☆2}, 本田 忠敏^{☆3}, 三浦 秀士^{☆3}^{☆1} 熊本大学大学院自然科学研究科, 〒860 熊本市黒髪2-39-1. ^{☆2} 熊本大学大学院工学研究科, 〒860 熊本市黒髪2-39-1. ^{☆3} 熊本大学工学部知能生産システム工学科, 〒860 熊本市黒髪2-39-1.

Fatigue Failure Test for High Strength MIM Sintered Alloy Steels

Takeharu Baba^{☆1}, Yuji Yamanishi^{☆2}, Tadatosh Honda^{☆3} and Hideshi Miura^{☆3}^{☆1} Graduate School of Sci. & Tech., Kumamoto University, 2-39-1 Kurokami, Kumamoto 860. ^{☆2} Graduate School, Kumamoto University, 2-39-1 Kurokami, Kumamoto 860. ^{☆3} Dept. Materials Sci. & Resource Eng., Kumamoto University, 2-39-1 Kurokami, Kumamoto 860.

Received February 26, 1996

SYNOPSIS

It is well-known that the high performance sintered alloys were obtained by a Metal Injection Molding (MIM) process. Although assessment of the dynamic properties such as fatigue strength is important to design a reliable structural sintered steels, especially for the high strength steels, there are very few reports about the dynamic properties of MIM steels at the present time. In this study, the behavior of fatigue properties for high strength 4600 steels (Fe-1.8%Ni-0.5%Mo-0.2%Mn) produced by the MIM process using mixed elemental powders were investigated taking the microstructure into account.

Sintered and heat treated steels showed the fine heterogeneous microstructures with the segregation of Ni added as one of the alloying elements. The fatigue strength of heat treated MIM 4600 steels were higher than that of the conventional P/M steels because of the near full-densification and the spheroidization of pores. Additionally, the regions of a high nickel concentration, which were hard martensite or retained austenite and were uniformly distributed within the tempered martensitic matrix, were also effective against the crack propagation. This result indicated that it is possible to attain high performance structural steels combined with high static and dynamic strength by MIM techniques.

KEY WORD

injection molding, 4600 steels, heterogeneous microstructure, fatigue properties, crack propagation.

1 緒 言

金属粉末射出成形(MIM)プロセスによれば, 従来の粉末冶金法に比べて高密度で高強度な焼結材が得られることは周知の事実である. しかしながら, その強度評価には, これまで引張試験のような静的破壊試験が採用されているだけである. とくに高強度部材ともなると, 動的破壊強度が実用的には大変重要となるが, MIM材の動的破壊特性に関する報告は試験規格もないことから皆無に等しい¹⁾. しかも, MIMプロセスによるような高密度・高強度材料の動的破壊挙動は従来の多孔質材料の延長上にあるとは限らず, たとえ同一の合金組成や密度であっても, MIMプロセス特有の気孔

形態や合金元素の拡散状態, 基地組織などにより大幅に変わることも十分に予想される.

したがって, 本プロセスを機械構造用部材へ適用する場合, 動的強度の調査は設計上の基本的な材料特性として, また材料の破壊を予知する重要な情報として無視することはできない. そこで本報では, 上記観点より, 従来の粉末鍛造鋼に匹敵する引張強度が得られる4600鋼組成(Fe-1.8%Ni-0.5%Mo-0.2%Mn)の高強度MIM材²⁾を用いて, 動的破壊特性の1つである疲労強度の挙動, 解析について検討したので, その結果を報告する.

Table 1 Characteristics of the powders used.

	Fe (0.9% C 0.4% O)	Ni	Mo	Fe-Mn
Mean particle size (μm)	4~5	3~7	4	30
Particle shape	Spherical	Spherical with spike	Polygonal	Angular

Table 2 Binder composition and properties of the respective components.

	mass %	Density (Mg/m^3)	Melting point (K)
Paraffine wax	69	0.895	330
Polypropylene	20	0.854	390
Carnauba wax	10	0.995	350
Stearic acid	1	0.941	346

2 実験方法

原料粉末には、平均粒径 $4\mu\text{m}$ のカーボニルFe粉(BASF製)にNi, MoおよびフェロMn粉を添加した混合粉末を用いた。これら各粉末の組成ならびに諸特性をTable1に示す。バインダにはパラフィンワックスを主成分とする多成分系バインダを用いており、その組成および配合割合をTable2に示す。上記の粉末とバインダを体積比で65:35となるように配合し、418Kで1.8ks加熱混練したのち、冷却粉碎したものを成形用材料とした。成形は横型スクリー式射出成形機を用いて、射出温度358K、金型温度313K、射出率 $7.5\text{cm}^3/\text{s}$ 、保圧力120MPaの条件で小型の小野式回転曲げ疲労試験片を作製した。得られた成形体は、有機溶剤であるヘプタン気相中に18ks保持して主にワックス成分を抽出したのち、 H_2/N_2 混合ガス雰囲気中で残りのバインダ成分を加熱揮散させた。焼結は H_2/N_2 混合ガス中、1573Kで3.6ks行い、得られた試料を密度測定、含有炭素量分析および組織観察等に供した。また、一部の試料には1173Kで1.8ks溶体化焼入れ後、473K、623Kおよび823Kで焼戻しを行い、回転曲げ疲労試験を行った。疲労試験には島津製作所製小野式1.5kgm回転曲げ疲労試験機(回転数:約3000rpm)を用い、14S-N法により疲労強度特性を調査、検討した。なお、焼戻し後の試料は熱処理による残留歪みを除去するため、最終的にFig.1に示すような寸法に研削加工し、疲労試験片とした。

Fig.1 Dimension of the fatigue specimen used. (mm)

Fig.2 Schematic illustrations of the solvent debinding ((a), (b)-I) and the aspect of specimens solvent debound at 338, 348, 358K ((a)-II) and at 358K with alumina wick powders ((b)-II).

3 実験結果および考察

3.1 脱バインダ方法の検討

本実験に使用した成形体はつかみ部が直径9.5mmであり、射出成形材としてはかなり肉厚な試料である。通常、このような試料の脱バインダに際しては、とくに試料の変形や脱バインダ率に注意を払う必要があることから、脱バインダ方法、例えば試料の設置状態や脱バインダ(溶媒抽出)温度に関する検討を行った。まず、成形体を多孔質アルミナ基盤上に直接置いた状態(Fig.2(a)-I)で、抽出を行った。抽出後の外観写真をFig.2(a)-IIに示すが、抽出温度を338Kまで低下しても、自重による平行部の変形や割れが発生していることが写真より明らかである。そこで、成形体をアルミナ粉末中に埋め込む方法(Fig.2(b)-I)を試みたところ、Fig.2(b)-IIに示すように変形のない、しかも脱バインダ率も約60%という高い値を示す健全な試料が得られた。これは、アルミナ粉末が試料平行部の支持的役割を果たすと同時に、毛細管現象によるバインダ抽出

Photo.1 Microstructure and hardness of sintered MIM 4600 steel. (a) non-etched, (b) etched

(ウィッキング効果)が効いたものと推察される。以上のことから、本実験ではアルミナに成形体を埋め込んだ状態で溶媒抽出を行った。

3.2 焼結および熱処理組織

本MIM材の最終炭素量は0.4mass%を目標とするが、MIMプロセスにより焼結合金鋼を作製する場合、脱バインダおよび焼結工程において、バインダの分解によるFe粉末中への炭素の拡散や、炉内の還元雰囲気および試料中の含有酸素による脱炭反応などにより、焼結後の炭素量は著しく変化する。このため炭素量を厳密に制御することは非常に困難であるが、著者らのこれまでの研究から、脱バインダおよび焼結時の雰囲気を調整するだけで、かなり正確に炭素量を制御できることが確認されている³⁾。本実験では、加熱による脱バインダならびに焼結時の雰囲気に20% H_2/N_2 組成の混合ガスを用いることで、焼結後の最終炭素量を約0.4mass%に制御することができた。こうして得られた試料の代表的な焼結組織、ならびに微小硬度測定結果をPhoto. 1に示す。本MIM材の焼結密度は相対密度で

Photo.2 Microstructures and EDS line analysis of sintered MIM 4600 steel.

Photo.3 Microstructures of sintered MIM 4600 steels, tempered at (a) 473K and (b) 823K.

約97%であり、高密度化に伴う独立微細な球状気孔が観察される(Photo. 1(a)). また, Photo. 1(b)より, 組織中にはフェライト相 (A) およびベイナイト相 (B)のほか, ところどころに丸味を帯びた白色部 (C) が観察され, 微細な不均質組織を呈している. 各相の硬度に着目すると, フェライト相は135Hv, ベイナイト相は380Hvであるのに対し, 白色部は710Hvと非常に高い値を示している. この不均質組織における各種合金元素の分布状態を調査した結果をPhoto. 2に示すが, 明らかに白色部にはNiが偏析していることがわかる. このような現象は, 混合粉末法で作製したプレス成形 (P/M) 材においても, Niの不十分な拡散によって不均質組織になることが数多く報告されている⁴⁾. つまり, 本MIM材におけるNiの偏析は従来のP/M材と同様に, 微細なカーボニルNi粉末の凝集に起因したものと考えられる. なお, 白色部におけるNi濃度はおよそ7~20mass%であり, 本MIM材には0.4mass%程度の炭素量が含有されていることを考慮すると, 白色部の組織はマルテンサイトもしくは残留オーステナイトであると推察される⁵⁾.

Fig.3 S-N curve of sintered MIM 4600 steel tempered at 473K.

Fig.4 S-N curve of sintered MIM 4600 steel tempered at 823K.

ところで、本鋼種のような機械構造用鋼の場合、用途に応じた熱処理を施すことが多い。そこで、上記の不均質組織に及ぼす熱処理の影響を調査するため、溶体化焼入れ後、種々の温度で焼戻しを施し、組織観察を行った。各熱処理材の組織を、硬度測定結果とともにPhoto. 3に示す。熱処理により、基地組織は焼戻しマルテンサイトであることが写真や硬度から確認できる。ただ、いずれの焼戻し温度においても、Niの偏析

Photo.4 Fatigue crack propagation of heat treated MIM 4600 steel.

した白色部が観察され、依然として不均質な混合組織を維持していることがわかる。焼戻し温度の上昇とともに、マルテンサイト基地での微細炭化物の析出およびフェライト化が進行するため、硬度は全体的に低下するが、偏析部と基地との差は、いずれの焼戻し材においても100Hv程度の値であった。

3.3 疲労強度ならびに耐久限度比

473Kおよび823K焼戻し材の回転曲げ疲労試験結果を、それぞれFig.3, 4に示す。また同図中には、粉末鍛造材およびP/M材の疲労強度も併示している。473K焼戻し材の場合、本MIM材の疲労強度は575MPaであり、真密度材である粉末鍛造材には劣るが、従来の同組成P/M材を大幅に上回る値を示している。また823K焼戻し材の疲労強度は、低温焼戻し材と比べると基地組織の軟化により低下するものの、一般的な高強度機械部品用P/M材と比較すると良好な値を示している。このように、本MIM材の動的疲労強度は高密度化に起因して、従来のプレス成形法では得ることのできない極めて高い値を示すことがわかった。

次に、MIM材のような高密度材における疲労き裂伝播過程についても調査を行った。Photo. 4は一例として、623K焼戻し材における荷重614MPa（疲労強度509MPaの約1.2倍の応力）、繰返し数 $N=2 \times 10^6$ 時の疲労き裂を示したものである。写真から、き裂は比較的大きな気孔（矢印）から発生し、微細気孔を介して進展している様子が観察される。これより、本MIM材中に残存する気孔は一般のP/M材よりも微細かつ球状化しているものの、その疲労によるき裂伝播機構は従来のP/M材と同様に残留気孔が第一義的な因子であると言える。

Table 3に、製造方法および熱処理温度が異なる各材料の機械的諸特性を示す。なお、本MIM材以外の材料は合金粉末法により製造されている。各低温焼戻し材

Table 3 Mechanical properties of 4600 steels produced by various processes.

	Tempering temperature (K)	Tensile strength (MPa)	Fatigue strength (MPa)	Endurance ratio
P/M(forged)	473	2120	650	0.31
P/M(pressed)		1920	390	0.20
		1900	570	0.30
MIM	623	1500	509	0.34
	823	1000	458	0.46

Photo.5 Microstructures of heat treated MIM 4600 steel. (a) and (b) are the surface of specimen and (c) is the cross section of fractured surface.

の耐久限度比（疲労強度/引張強度）を比較すると、P/M材の耐久限度比は0.2という低い値に対し、本MIM材は粉末鍛造材に匹敵する0.3の高い値を示している。このことから、MIM材の破壊機構は前述のとおり、P/M材と同様に気孔が第一義的因子となるが、MIM材では気孔が微細で球状化も促進していることから応力集中度合も小さく、このことが疲労特性の向上にかなり寄与したものと推察される。また本MIM材においては、焼戻し温度の上昇とともに耐久限度比は0.3から0.46まで増加している。これは基地の軟化、すなわち引張強度の減少にともなう切欠感受性の急激な低下に起因していると考えられる。

3.4 不均質組織の影響

著者らは、以前に4600鋼MIM材の静的引張試験において、合金粉末を用いた均質組織のものよりも混合粉末を用いた微細不均質組織の方が優れた静的強度を示すことを報告した²⁾。これは、混合粉末法で作製した材料中にはNiの偏析に伴うマルテンサイト相や残留オーステナイト相が微細に出現し、強度を向上させるためである。そこで、動的疲労強度に及ぼす微細不均質組織の影響についても、き裂伝播の観点から検討を加えた。Photo.5 (a), (b)は疲労試験を中断した623K焼戻し材の平行部表面における疲労き裂先端部の写真で

あり、Photo.5(c)は破断した試料（823K焼戻し材）を破面と垂直に切断し観察した疲労き裂部の写真である。き裂はNiが均一に拡散している領域では回転軸方向に対して垂直に進展しているが、Ni偏析部の周辺では偏析部を迂回するように進展していることがわかる。これは、基地中に分散した高硬度なマルテンサイト相がき裂の進展を妨げるように作用したためと考えられ、本MIM材の微細不均質組織は疲労強度の向上にも十分寄与していると推察される。この点に関しては、合金粉末法によるMIM材の疲労強度とともに、そのき裂伝播挙動についても調査を行い、比較検討する必要がある。

4 結 言

混合粉末法による4600鋼組成の高強度MIM材の疲労強度は、低温および高温焼戻し材ともに従来のP/M材より優れた値を示した。これは緻密化によって気孔による内部切欠効果が減少するとともに、基地中に分散した高硬度なマルテンサイト相がき裂の進展を妨げるように作用するため、本鋼種における微細不均質組織は疲労強度の向上にもかなり寄与しているものと思われる。いずれにせよ、焼結材の適用が限定される理由の1つに材料の信頼性、とくに疲労強度が劣る点が挙げられているが、本プロセスによれば、静的のみならず動的特性においても高性能な機械構造用部材を作製することが可能であり、さらに形状付与の点での優位性を考慮すると極めて有効なプロセスであると言える。

文 献

- 1) M.K.Bulger and A.R.Erickson: Proceedings of the Powder Injection Molding Symposium - 1992, MPIF, Princeton NJ., (1992) 493.
- 2) 三浦, 本田, R.M.German: 粉体および粉末冶金, **39** (1992) 254.
- 3) 三浦, 本田, R.M.German: 粉体および粉末冶金, **38** (1991) 767.
- 4) 例えば, 三谷, 花立, 真島: 日本金属学会誌, **40**(1976) 903.
- 5) 花立, 真島, 三谷: 粉体および粉末冶金, **25** (1978) 122.