微細不均質組織を呈する射出成形4600鋼（熱処理材）の機械的諸特性

馬場 剛治^{☆1}, 三浦 秀士^{☆2}^{☆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} 熊本大学工学部知能生産システム工学科, 〒860 熊本市黒髪2-39-1.

Mechanical Properties of Injection Molded 4600 Steels (As Heat Treated) with Fine Heterogeneous Microstructure

Takeharu Baba^{☆1} and Hideshi Miura^{☆2}^{☆1} Graduate School of Sci., & Tech., Kumamoto University, 2-39-1 Kurokami, Kumamoto 860. ^{☆2} Dept. Mech. Eng. & Materials Sci., Kumamoto Univ., 2-39-1 Kurokami, Kumamoto 860.

Received July 23, 1997

SYNOPSIS

In our previous studies on the 4600 steels produced by Metal Injection Molding (MIM) process using mixed elemental powder, the fine heterogeneous microstructure caused by the agglomeration of spiky Ni powders was reported to be significantly effective for the static and dynamic fracture properties. In this study, the effects of heat treatment condition and different type of Ni powder on the mechanical properties of injection molded 4600 steels using prealloyed and mixed elemental powders were investigated to secure the efficacy of the fine heterogeneous microstructure. The obtained results are as follows:

- 1) The heat treated steels using the prealloyed powder showed the homogeneous tempered martensitic microstructure, while the steels using mixed elemental powder showed the fine heterogeneous microstructure consisted of tempered martensitic matrix and martensite or retained austenite phases, which were caused by the segregation of Ni powders.
- 2) For the tempered steels at 473K, the fine heterogeneous microstructure contained Ni rich phases was effective for the tensile and fatigue strengths. On the other hand, there was not clearly seen the efficacy of the heterogeneous microstructure in the tempered steels at 823K because of the homogenization.
- 3) The agglomeration of Ni powders with spherical shape investigated with the debound steels was fewer than that of Ni powders with spiky shape, which lead the decrease of Ni rich phases even in the heat treated steels, resulted in poor tensile strength.

KEY WORDS

metal injection molding, 4600 steel, heat treatment, heterogeneous microstructure, mechanical properties.

1 緒 言

金属粉末射出成形 (MIM) プロセスは, 従来の粉末冶金法では得難い複雑形状の高密度部品が得られることから, 精密機器などの分野をはじめ多岐にわたる分野で活用されており, その市場も年々拡大している¹⁾. 著者らは, 混合粉末を原料とするMIM4600鋼の熱処理材 (473K焼戻し) において, Niの偏析に伴う微細不均質組織を積極的に利用することで, 静的のみならず動的破壊強度にも極めて優れる焼結合金鋼が得られるこ

とをすでに報告した²⁻⁴⁾. しかしながら, 熱処理条件や使用する粉末, とくに不均質組織の原因となるNi粉末の形状や粒径によっては組織の形態や機械的性質も大幅に変化することが予想されることから, これらの点について明確にしておく必要がある.

そこで本研究では, 4600鋼組成の合金および混合粉末 (2種類の形状が異なるNi粉末を使用) を用い, MIM材の機械的諸特性に及ぼす熱処理条件 (とくに焼戻し温度 (やNi粉末性状の影響について調査した.

Photo.1 SEM images of the used carbonil Ni powders. (a) Type123, (b) TypeCNS

2 実験方法

原料粉末には Table 1 に示す合金粉末（平均粒径 $9.2 \mu\text{m}$ ）、およびカーボニル Fe 粉（平均粒径約 $4 \mu\text{m}$ ）にカーボニル Ni 粉や、Mo 粉（平均粒径約 $4 \mu\text{m}$ ）および Fe-Mn 粉（平均粒径約 $30 \mu\text{m}$ ）を合金粉末の組成となるように添加混合したもの（Fe-1.8mass%Ni-0.5mass%Mo-0.2mass%Mn）を使用した。なお、Ni 粉末には表面に微細な突起を有する擬球状のカーボニル Ni 粉末（INCO 社製 Type123）ならびに球状のカーボニル Ni 粉末（NOVAMET 社製 TypeCNS）の 2 種類を使用した。Photo.1 ならびに Table 2 に両 Ni 粉末の SEM 写真と粉

Table 1 Chemical composition of the used prealloyed powder.

	Ni	Mo	Mn	C	Si	S	P	O	Fe
(mass%)	2.00	0.51	0.26	0.62	0.08	0.012	0.010	0.57	Bal.

Table 2 Characteristics of the used carbonil Ni powders.

	Type 123	Type CNS
Particle shape	Spiky	Spherical
Mean particle size	$3.9 \mu\text{m}$	$11.8 \mu\text{m}$
Apparent density	2.18 Mg/m^3	2.96 Mg/m^3

末特性を示す。上記粉末と、パラフィンワックス（69 mass%）、ポリプロピレン（20 mass%）、カルナウバワックス（10 mass%）およびステアリン酸（1 mass%）で構成される多成分ワックス系バインダ⁹⁾とを 418K で 1.8ks 加熱混練後、冷却粉碎し、横型スクリー式射出成形機を用いて引張試験片および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、まず溶剤抽出により主にワックス成分を除去したのち、 $20\%\text{H}_2/\text{N}_2$ ガス雰囲気中で残りのバインダを加熱揮散させた。焼結は同じく H_2/N_2 混合ガス雰囲気を用いて最終炭素量が $0.4\text{mass\%}$ となるように調整し、焼結後の試料は密度測定および炭素分析、組織観察等に供した。また、焼結後、一部の試料には 1173K で 1.8ks 溶体化後油入れ

	As sintered	Tempered at 473K	Tempered at 823K
(a)			
Hv	210	589	338
(b)			
Hv	A : 135, B : 380, C : 710	D : 578, E : 680	F : 329, G : 423

100 μm

Photo.2 Microstructures and hardness (Hv) of sintered and heat treated MIM 4600 steels using (a) prealloyed powder and (b) mixed elemental powder.

Photo.3 Microstructure and EDS area analysis of the debound MIM 4600 steels (mixed elemental powder).

したのち、473K および 823K で 3.6ks の焼戻しを施し、硬度測定、引張試験ならびに回転曲げ疲労試験に供した。なお、回転曲げ疲労試験片（長さ 64mm）は、最終的に平行部 $\phi 4\text{mm}$ に研削加工後、島津製作所製小野式 1.5kgm 回転曲げ疲労試験機（回転数：3000rpm）を用いて疲労試験を行い、それらの疲労強度を測定した。

3 実験結果および考察

3.1 焼結および熱処理組織

まず始めに、Ni 粉末として微細な突起を有する擬球状のカーボニル Ni 粉末（Type123）を使用した混合粉末材の焼結および熱処理組織について調査した。その場合、焼結性が良好なカーボニル鉄粉を主成分とすることから約 97% の高い焼結相対密度が得られたが、合金粉末材では粒径がやや大きいため 95% 程度であった。両試料の代表的な焼結および熱処理組織、ならびに硬度測定結果を Photo.2 に示す。焼結組織としては、合金粉末材（Photo.2 (a)）が均質なベイナイト組織であ

るのに対し、混合粉末材（Photo.2 (b)）ではベイナイト相（B）のほか、フェライト相（A）や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。Photo.3 は 823K でバインダを加熱揮散させた混合粉末材の組織写真、ならびに Fe および Ni 元素の分布状態を分析した結果であるが、Ni 粉末が凝集して存在する領域が観察される。これより、焼結材で観察された白色部（Photo.2 (b)）は Ni 粉末の凝集による Ni リッチなマルテンサイト相もしくは残留オーステナイト相であると推察される。なお、このような Ni 粉末の凝集は脱脂工程以前の射出成形時、もしくは粉末混合時にすでに形成されたものと考えられる。

つぎに、熱処理後の組織としては、合金粉末材では焼戻し温度にかかわらず均質な焼戻しマルテンサイト組織であるのに対し、混合粉末材では焼結後の組織よりも Ni リッチ相とマトリックスとの境界は不明瞭になっているものの、焼戻しマルテンサイトのマトリックス中に依然として Ni リッチ相が点在する不均質な組織であることがわかる。このような組織の違いは機械的性質にも大きく影響を及ぼすことが予想されることから、次節では各熱処理材の機械的性質について調査した。

3.2 機械的性質に及ぼす熱処理条件の影響

Table 3 に、合金および混合粉末を用いた熱処理材の各種機械的性質を示す。両者の機械的性質を比較してみると、焼戻し温度に関係なく、混合粉末材の方が引張および疲労強度ともに高い値を示している。このような両者の強度に差が生じた要因としては、まず密度の違いが挙げられるが、組織の違いにも着目すべきであろう。すなわち、混合粉末材に観察される不均質組織における Ni リッチ相の性状も大きく影響を及ぼすようである。例えば、焼戻し温度に着目すると、焼戻し温度が高くなると合金および混合粉末材の強度差が小さくなっていることがわかる。この傾向は疲労強度に

Table 3 Mechanical properties of MIM 4600 steels using prealloyed and mixed elemental powders.

	Prealloyed powder		Mixed elemental powder	
Relative density (%)	95		97	
Tempering temperature (K)	473	823	473	823
Tensile strength (MPa)	1740	1120	1900	1230
Fatigue strength (MPa)	472	441	575	458

Fig.1 Effect of tempering temperatures on the hardness of Ni concentrated area.

において顕著であり、473K 焼戻し材では両者で約 100MPa の差があったものが、823K 焼戻し材では約 20MPa 程度に減少している。823K 焼戻しにおける両粉末材の疲労強度は密度差を考慮するとほぼ同等な値と言え、両者において組織的に大きく異なる Ni リッチ相の存在による効果が明確には現れていない。そこで、この点をさらに追求するため、混合粉末材における Ni リッチ相の硬度について詳しく調査を行った。Fig.1 は

混合粉末材における焼戻し温度と Ni リッチ相の硬度の関係を示したものである。なお、Ni リッチ相の硬度は無作為に選んだ 50 箇所の Ni リッチ相のほぼ中心部をマイクロビッカース硬度試験機により測定したものである。これより、473K 焼戻し材ではマトリックス (535Hv) よりも 100Hv 以上高い極めて硬質な Ni リッチ相が存在しているのに対し、823K 焼戻し材では同様に 100Hv 以上高い硬度を示す Ni リッチ相はほとんど確認できず、大半がマトリックス (320Hv) に近い硬度を示していることがわかった。すなわち、このことは焼戻し温度の上昇に伴う均質化の進行を意味しており、不均質組織でも Ni リッチ相の形態や性状が問題であることを示唆するものでもある。

3.3 組織や機械的性質に及ぼす Ni 粉末性状の影響

これまでの混合粉末材では、Photo.1 (a) に示したような表面に微細な突起を有する平均粒径 $3.9\mu\text{m}$ のカーボニル Ni 粉末 (Type123) を使用したが、続いて上記観点より Ni リッチ相の形態の違いによる機械的性質の変化を調べるため、球状でかつ粒径が大きなカーボニル Ni 粉末 (TypeCNS) を用いて前節と同様な検討を行った。Table 4 に両 Ni 粉末を用いた焼戻し材の引張試験

Table 4 Mechanical properties of tempered MIM 4600 steels using different types of Ni powders.

Ni powder	Type 123		Type CNS	
Tempering temperature (K)	473	823	473	823
Tensile strength (MPa)	1900	1230	1700	1100

Photo.4 Microstructures of debound, sintered and heat treated MIM 4600 steels using (a) type123 powder and (b) typeCNS Ni powders.

Fig.2 Number of Ni particles in the agglomerated area of debound compacts using different types of Ni powders.

の結果を示すが、TypeCNSのNi粉末を使用したものでは焼戻し温度にかかわらずType123のものよりも低い値を示している。Photo.4に両Ni粉末を用いた脱脂後、焼結後ならびに熱処理後の組織写真を示す。まず脱脂後の試料によれば、Type123のNi粉末を使用したものでは、Photo.2でも示したようにNi粉末が凝集している部分が多数観察される。一方、TypeCNSのNi粉末を使用したものでは、わずかに凝集している部分は確認できるものの、前者よりもNi粉末は微細で均一に分散しているようである。そこで、脱脂後の試料における両Ni粉末の分布状態の違いを定量的に表すことを試みた。Fig.2は、脱脂後の光学顕微鏡写真から凝集しているNi粉末の数を読み取り、それを頻度数で表したものである。なお、測定方法は300×300μmの領域を無作為に20箇所選び、凝集体中のNi粉末の数を1~4個までと5個以上の5段階に分別した。これより、TypeCNSのNi粉末は大半が単独粒子で分散しているのに対し、Type123のNi粉末では幾つかの粒子が凝集して存在している割合が多く、とくに5個以上の粉末が凝集しているものが多いことがわかる。さらにTable 1における両Ni粉末の見掛け密度を比較すると、TypeCNS粉末の方が高い値を示しており、このことは粒子間摩擦が小さく凝集が生じにくい粉末であることを示唆しており、上述した結果とも一致するようである。なお、Photo.4で示した焼結および熱処理後の組織を観察すると、TypeCNS粉末を用いたものでもNiリッチ相は存在しているが、その数はType123粉末使用のものよりも少ないことを確認している。

いずれにしても、このようにNiリッチ相の形態ある

いは性状(Niの拡散度合)の違いで、不均質組織と言えども機械的性質には大きく影響を及ぼすことが本研究により明らかにされたが、不均質組織の有効性を確実なものとするためには、さらにNiリッチ相の最適な大きさあるいは分散状態などについても把握しておく必要があり、現在検討中である。

4 結 言

MIMプロセスにより作製した4600鋼の機械的諸特性に及ぼす均質および不均質組織の影響に関し、熱処理条件(焼戻し温度)や原料粉末について調査検討した結果、以下のような結論を得た。

- 1) 合金粉末を原料とした熱処理材の組織は均質な焼戻しマルテンサイト組織であり、混合粉末を用いたものでは焼戻しマルテンサイト中にNiの偏析によるマルテンサイトもしくは残留オーステナイト相が点在した微細な不均質組織を呈した。
- 2) 473K焼戻し材では、引張および疲労強度ともに微細不均質組織を呈する混合粉末材が均質な組織の合金粉末材よりもかなり高い値を示した。一方、823K焼戻し材では合金粉末材とはほぼ同等な値を示し、Niが偏析した不均質組織の有効性は明確には現れなかった。これは、焼戻し温度の上昇に伴いNi偏析部の均質化が生じたためである。
- 3) Ni粉末として球状のTypeCNS粉末を使用した場合、微細な突起を持つType123粉末のものに比較してその凝集度合はかなり少なかった。そのため、焼結後のNiリッチ相の数も減少し、引張強度も低い値を示した。

文 献

- 1) R.M.German and R.G.Cornwall: Powder Injection Molding Industry Market Report, Innovative Materials, Inc., State College, PA (1997) .
- 2) 三浦, 本田, R.M.German: 粉体および粉末冶金, 39 (1992) 254.
- 3) 馬場, 山西, 本田, 三浦: 粉体および粉末冶金, 43 (1996) 863.
- 4) 馬場, 本田, 三浦: 粉体および粉末冶金, 44 (1997) 443.
- 5) R.E.Wiech, Jr.: U.S. Patent No.4661315, April 28, (1987) .