研 究

焼結低合金鋼の高性能化に向けたメゾヘテロ組織制御

松田 光弘^{☆1}, 三浦 秀士^{☆2}^{☆1}熊本大学大学院自然科学研究科, 〒860-8555 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, 〒860-8555 熊本市黒髪 2-39-1.

Mezzo-Heterogeneous Microstructural Control for High Performance Sintered Low Alloy Steels

Mitsuhiro Matsuda^{☆1} and Hideshi Miura^{☆2}^{☆1}Graduate School, Kumamoto University, 2-39-1 Kurokami, Kumamoto 860-8555.^{☆2}Dept. Mech. Eng. & Materials Sci., Kumamoto University, 2-39-1 Kurokami, Kumamoto 860-8555.

Received February 10, 2000

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 Ni powders was reported to be significantly effective for the improvement of mechanical properties. This study has been performed to clarify and optimize the relationship between the mechanical properties and the heterogeneous microstructure for ultrahigh strengthening the sintered low alloy steels (4600 grade, 0.4 mass% C) produced by MIM process varying Ni content from 0 to 8 mass%.

The tensile and fatigue strength were improved significantly with increasing Ni content to 6 mass%, without loss of the ductility. This seemed to be due to the solution strengthening and the mezzo-heterogeneous microstructure which were consisted of Ni rich martensite surrounded by a network of tempered martensite. However, the tensile and fatigue strength of the steel added 8 mass% Ni were dropped by the increase of retained austenite.

KEY WORDS

metal injection molding, 4600 steels, Ni content, heterogeneous microstructure, mechanical properties

1 緒 言

鉄系焼結材料は機械構造用部品として多用されており,その需要も順調に拡大しているが,自動車を始めとする各種機械構造物の高性能化に伴い,必然的に過酷な負荷に耐えうる高強度な焼結材料が切望されている. 金属粉末射出成形(MIM)法によれば,従来の粉末冶金法(プレス成形)に比べて高密度で高性能な焼結材料を得ることができる¹⁾. 著者らは以前に, MIM法による熱処理した 4600 鋼(Fe-1.8mass%Ni-0.5mass%Mo-0.2mass%Mn)において,混合粉末を用いた微細不均質(メゾヘテロ)組織の方が合金粉末を用いた均質組織よりも優れた機械的性質を示すことを報告^{2,3)}した. 前者では,添加合金元素粉末の1つであるNiの偏析により出現した高硬度なマルテンサイト相を網目状に焼もどしマルテンサイト相が取り囲んだ組織を呈しており,このユニークな組織形態が強度の向上に大きく寄与したものと考えられた. したがって,このメゾヘテロ組織におよぼすNi量の影響は大きく,またNiの分散状態によっては機械的性質も大きく変化すると予想される.

本研究では, MIM 法により作製した Fe-Ni-Mo 系焼結低合金鋼の熱処理材において,とくに高強度自動車部品材料としての用途を図るため,メゾヘテロ組織を利用して静的のみならず動的破壊強度の飛躍的な向上を得るためのNi添加量,ならびにメゾヘテロ組織の最適化について調査,検討した.

2 実験方法

原料粉末には,カーボニル Fe 粉に Ni, Mo, Fe-Mn などの各種元素粉を Fe-(0, 2, 4, 6, 8)Ni-0.5Mo-0.2Mn (mass%) の組成となるように添加混合したものを使用した. 各種元素粉末の諸特性を Table 1 に示す. バインダにはパラフィンワックス(69mass%),ポリプロピレン(20mass%),カルナウバワックス(10mass%)およびステアリン酸(1mass%)で構成される多成分ワックス系バインダを使用し,粉末とバインダを体積比で60:40となるように配合し,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,まず溶媒抽出に

より主にワックス成分を除去したのち、 H_2/N_2 混合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を0.4mass%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等に供した。また、熱処理としてArガス雰囲気中1173Kで1.8ks溶体化処理後、油焼入れし、Arガス雰囲気中473Kで3.6ksの焼もどしを施して、引張試験、硬度試験、ならびに回転曲げ疲労試験により各種機械的性質を調査した。なお疲労試験には、島津製作所製小野式1.5kgm回転曲げ疲労試験機(回転数: 約3000 rpm)を用いた。

3 実験結果および考察

3.1 炭素量ならびに密度

本鋼種における最終炭素量は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原料粉末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困難とされているが、著者らは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を見い出している²⁾。本実験では脱バインダ(加熱揮散)時に20% H_2/N_2 組成の混合ガス、ならびに焼結時に40~85% 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 0.4 ± 0.05 mass%に

制御することができた。

得られた各種Ni添加材の焼結密度をFig.1に示す。いずれの組成においても95%前後の相対密度が得られており、気孔は高密度材特有の微細な独立球状気孔であった。なお、Fe粉末への微細Ni粉末の添加は焼結における緻密化を促進させる³⁾ことが知られているが、本実験では顕著な効果は現れなかった。

3.2 各種機械的性質

本鋼種のような機械構造用鋼の場合、用途に応じて熱処理を施すことが多い。そこで各種Ni添加材に473Kで焼もどしを施し、各種機械的性質について調査した。Fig.2に引張強度ならびに伸びの結果を示す。これより、伸びを損なうことなく引張強度はNi添加量の増加とともに飛躍的に上昇していることがわかる。とくに6mass%Ni添加材においては、引張強度が約2000MPaで伸びは約5%を示すなど、超強靱な特性を示しており、注目に値する。しかしながら、8mass%Ni添加材では伸びの劣化は見られないものの、引張強度がかなり低下した。

次に回転曲げ疲労試験の結果をFig.3に示す。引張強度と同様にNi添加量の増加に伴い疲労強度は上昇し、6mass%Ni添加材で最高値を示したが、8mass%Ni添加材においては疲労強度は低下した。

3.3 メゾヘテロ組織の有効性

各種機械的性質の挙動について組織学的観点より調査、検討した。473K焼もどし材の組織をFig.4に示す。基地組織は焼もどしマルテンサイトであり、いずれの試料もところどころに丸味を帯びた白色部が点在する微細な不均質組織を呈している。これまでの研究^{2,3)}により、白色部はNiの偏析による

Table 1 Characteristics of the powders used in this study.

	Fe (0.8%C 0.3%O)	Ni	Mo	Fe-Mn
Mean particle size (μm)	4.6	5	4	30
Particle shape	Spherical	Spherical with spike	Polygonal	Angular

Fig.1 Effect of Ni content on the sintered density of MIM Fe-Ni-Mo steels.

Fig.2 Effect of Ni content on the tensile properties of MIM Fe-Ni-Mo steels tempered at 473 K.

高硬度なマルテンサイトであると推察され、本試料においてもEPMAによりNiに富んだ領域(Niリッチ相)であることが確認された。しかしながら、Niを添加しない試料においても若干ではあるが白色の組織(矢印で示す)が観察され、EPMAによる元素分析を行ったところ、MoならびにMnが偏析していた。とくに中央部に比較的大きな球状の気孔を有する白色部には主にMoが偏析しており、Fe、Moの相互間における拡散速度の著しい差異⁹⁾に起因したものと考えられる。いずれにしてもFig.4より、Ni添加量の増加に伴い白色部の割合が増加していることから、まずこれら組織の定量化を試みた。その結果をFig.5に示すが、Niリッチ相の割合が増加しているこ

とがわかる。また基地(白色部の周囲)のビッカース硬度をFig.6に示すが、Ni添加量の増加に伴い確実に上昇していることがわかる。つまり、Ni添加量が増すと高硬度なマルテンサイト相の割合が増加するとともに、それらを網目状に焼もどしマルテンサイト相が取り囲んでおり、このことが各種機械的性質の向上に寄与したといえる。

ところで、各種Ni添加材におけるNiリッチ相の硬度を測定したところ、約610Hvと基地よりも高い硬度を示すものもあれば、390Hv程度の低い硬度を示すものも存在した。そこで、

Fig.3 Effect of Ni content on the fatigue strength of MIM Fe-Ni-Mo steels tempered at 473 K.

Fig.5 Fraction of the concentrated area of MIM Fe-Ni-Mo steels tempered at 473 K.

Fig.4 Microstructures of MIM Fe-Ni-Mo steels tempered at 473 K.

X線回折による相の同定を行ったところ、微量ではあるがオーステナイトのピークが確認されたので、以下の式よりオーステナイトの定量化を試みた。結果をFig.7に示す。

$$\gamma \text{ 量 } (\%) = \{1 / (1 + K \cdot I_{\alpha} / I_{\gamma})\} \times 100$$

ここで I_{α} は $\alpha(211)$ の積分強度、 I_{γ} は $\gamma(220)$ と $\gamma(311)$ の積分強度の平均値である。K は物質によって決まる定数で、単位格子の体積、構造因子、多重度因子ならびにローレンツ因子等を測定して求めなければならないが、一般に合金鋼におけるKは1.4として用いても実用的には十分である⁹⁾ことから、本実験においてもこの値を使用した。Fig.7より、Ni添加量の増加に伴いオーステナイト量も増加していることが確認できる。またFig.8に、各種Ni添加材におけるNiリッチ相の中心からのEPMA分析によるNi濃度のプロフィールを示す。いず

Fig.6 Effect of Ni content on the hardness of the matrix of MIM Fe-Ni-Mo steels tempered at 473 K.

Fig.7 Fraction of the retained austenite of MIM Fe-Ni-Mo steels tempered at 473 K.

れの試料においても添加量から約1~2mass%低い濃度のNiが基底には拡散しており、Niリッチ相の大まかな領域としては80 μ m程度であった。またNi添加量の増加に伴い、Niリッチ相内のNi濃度も徐々に増加する傾向にあった。以上のことから、白色部の高Ni濃度のものではMs点が低下して常温でも軟らかい残留オーステナイトとなっており、それらが増加した8mass%Ni添加材で引張および疲労強度が低下したと推察される。

最後に比較として、本鋼種の粉末鍛造材、MIM材ならびにプレス材の各種機械的性質をTable 2に示す。なお、熱処理は全ての試料において、Arガス雰囲気中1173Kで1.8ks溶体化処理後、油焼入れし、Arガス雰囲気中473Kで3.6ksの焼もどしを施した。MIM材の引張や疲労強度、伸びともにプレス材のそれらをはるかに凌ぎ、粉末鍛造材に近づく特性を示していることがわかる。また均質材との比較を行う意味で、混合粉末を用いて高温長時間焼結(1623K $\times$ 18ks)により各種元素の偏析のない均質な組織を呈する熱処理材の引張試験を行ったところ、メゾヘテロ組織を呈する試料とは200MPa程度低い

Fig.8 Profile of Ni concentration in the white region of MIM Fe-Ni-Mo steels tempered at 473 K.

Table 2 Mechanical properties of the Fe-Ni-Mo steels produced by various processes.

	P/M (Forged) (2mass%Ni)	MIM (6mass%Ni) heterogeneity	MIM (6mass%Ni) homogeneity	P/M (Pressed) (6mass%Ni)
Density (%)	99.9	95*	96**	92.4
Tensile strength (MPa)	2115	1983 max. 2047	1789 max. 1808	1443 max. 1514
Elongation (%)	11	5	6	2
Fatigue strength (MPa)	652	488	—	463

Sintering condition : * 1523K $\times$ 3.6ks
** 1623K $\times$ 18ks

強度を示したことから、焼結低合金鋼の強靱化に対するメゾヘテロ組織の有効性が確認された。

4 結 言

代表的な機械構造用鋼種である4600鋼の組成を基に、Ni添加量を0~8mass%に変化させたMIM材を作製し、その熱処理材の各種機械的性質におよぼすメゾヘテロ組織の影響を調査、検討した結果、以下の結論を得た。

- (1) 熱処理後の基地組織は焼もどしマルテンサイトであり、いずれの試料もNiリッチ相ならびにFe、Moの相互間における拡散速度の著しい差異に起因したMoリッチ相が点在したメゾヘテロ組織を呈していた。
- (2) Ni添加量の増加に伴い、延性を損なうことなく引張、疲労強度はともに飛躍的に上昇し、とくに6mass%Ni添加材においては引張強度が約2000MPaで伸びは約5%を示すなど、超強靱な特性を示した。これは、基地自体が固溶強化したことに加え、高硬度なマルテンサイト相の割合が増加し、それらを網目状に焼もどしマルテンサイト相が取り囲んでいることに起因したものである。
- (3) 白色部において高Ni濃度のものでは、Ms点が低下して常

温でも軟らかい残留オーステナイトが出現し、それらが増加する8mass%Ni添加材で引張および疲労強度は低下した。

文 献

- 1) 例えば R.M.German(著), 三浦秀士, 高木研一(共訳): 粉末冶金の科学, 内田老鶴圃, (1996).
- 2) 三浦秀士, 本田忠敏, R.M.German: "射出成形法による焼結4600鋼の機械的性質", 粉体および粉末冶金, 39(1992)254-259.
- 3) 馬場剛治, 本田忠敏, 三浦秀士: "MIMプロセスによる4600鋼の疲労特性に及ぼす均質および不均質組織の影響", 粉体および粉末冶金, 44(1997)443-447.
- 4) 花立有功, 真島一彦, 三谷祐康: "Ni添加によるFe系圧粉体の活性化焼結について", 日本金属学会誌, 40(1976)1010-1015.
- 5) 田辺重則, 森田明宏, 柴田治郎, 朝倉健二: "鉄-モリブデン合金の α , γ 相における焼結挙動", 粉体および粉末冶金, 35(1988)233-238.
- 6) 内藤武志: "浸炭焼入れの実際", 日刊工業新聞社, (1979) 242.