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 (第2報)

松田 光弘, 三浦 秀士

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 (2nd report)

Mitsuhiro Matsuda and Hideshi Miura

Dept. Mech. Eng. & Materials Sci., Kumamoto University, 2-39-1 Kurokami, Kumamoto 860-8555.

Received January 12, 2001

SYNOPSIS

In the previous report on the sintered low alloy steels (4600 grade, 0.4mass%C) produced by MIM process varying Ni content from 0 to 8mass%, the mechanical properties were improved significantly with increasing Ni content to 6mass%. This was attributed 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 8mass% Ni were dropped by the increase of retained austenite. In this study, the effect of the different type of Ni powders on the mechanical properties of Fe-6Ni-0.5Mo-0.2Mn (mass%) was investigated to clarify and optimize the mezzo-heterogeneous microstructure.

The tensile properties of the heat treated steels using the spherical Ni powder were lower than those using the spiky Ni powder. This seems to be due to the segregated distribution considerably of Ni rich phase and the decrease of Ni diffusion rate.

KEY WORDS

metal injection molding, low alloy steels, Ni powder, 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, 近年の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. 著者らは以前に, MIM法による熱処理した4600鋼(Fe-1.8Ni-0.5Mo-0.2Mn (mass%))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¹⁾した. また前報²⁾では, そのメゾヘテロ組織の最適化に向けて, Ni添加量を0~8mass%と変化させた結果, 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(熱処理)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, 残留オーステナイトがかなり

残存した8mass%Ni添加材では引張および疲労強度は低下した.

そこで本研究では, さらにメゾヘテロ組織の最適化に向けて, その根源であるNi粉末に着目し, 粒径や性状の異なる2種類のNi粉末を用いた場合の各種機械的性質ならびに組織についてより詳細に調査, 検討したので, その結果を報告する.

2 実験方法

原料粉末には, Table1に示すカーボニルFe粉にNi, Mo, Fe-Mnなどの各種元素粉をFe-6Ni-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. その際, Ni粉末にはTable1ならびにFig.1に示す2種類のカーボニルNi粉末(•Type123—平均粒径5 μ m, スパイク状 •Type4SP—10~20 μ mに分級, 球状)を用いた. 上記各粉末とバインダを体積比60:40で加熱混練後, 冷却粉碎し横型スクリー式射出成形機を用いて成形体を作製した. 得られた成形体は, まず溶媒抽出を施したのち, 20%H₂/N₂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H₂/N₂混合ガス雰囲気を用いて

Table 1 Characteristics of the powders used in this study.

	Fe (0.8%C 0.3%O)	Ni (Type 123)	Ni (Type 4SP)	Mo	Fe-Mn
Mean particle size (μ m)	5	5	10~20 (Classified)	4	30
Particle shape	Spherical	Spiky	Spherical	Polygonal	Angular

Fig.1 SEM images of the carbonyl Ni powders used in this study.

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 1173 K で 1.8 ks 溶体化処理後, 油焼入れし, 同雰囲気中 473 K で 3.6 ks の焼もどしを施して引張試験により静的特性を調査するとともに, 組織観察, XRD および EPMA によりメゾヘテロ組織の最適化について検討した。

3 実験結果および考察

3.1 Ni 粉末の分散状態

混合粉末材特有の微細な不均質組織は各種元素の不均等な拡散によるものであり, これまでのところ 4600 鋼種においては Ni に富んだ領域 (Ni リッチ相) が各種機械的性質の向上に大きく寄与していることを明らかにしてきた。そこで, 不均質組織の形態の違いによる影響を調査するため, 粉末特性(粒

～ Type 123 ～

～ Type 4SP ～

Fig.2 Secondary electron and characteristic X-ray images of MIM Fe-6Ni-0.5Mo-0.2Mn steels debound at 923 K.

径・性状等)が異なる2種類のカーボニルNi粉末を使用し、まずその分散状態を把握するため、加熱脱脂後の試料をEPMAに供した。両試料の分析結果をFig.2に示す。

前報で用いたType123粉末は、平均粒径 $5\mu\text{m}$ の微細でかつ表面に微細な突起を有する擬球状であることから、数個～十数個の凝集が観察された。一方、Type4SP粉末は基地中にそれぞれ単独で分散していた。これは、Type4SP粉末の方が球状でしかも見かけ密度(3.2Mg/m^3)がType123粉末のもの($1.8\sim 2.7\text{Mg/m}^3$)より高いことから粒子間摩擦も小さく、凝集が生じなかったものと推察される。

3.2 引張特性におよぼすメゾヘテロ組織の影響

473 Kで3.6ksの焼もどしを施した試料の相対密度、引張強度ならびに伸びの結果をTable 2に示す。両Ni粉末材において密度の相違はさほど見られないものの、Type4SP粉末材では引張強度がかなり低下した。これに関して、まず組織学的観点より調査、検討した。473 K焼もどし材の組織をFig.3に示す。両Ni粉末材において前報と同様に基地組織は焼もどしマルテンサイトであり、ところどころに丸味を帯びたNiおよびMoの偏析による白色部が点在する微細な不均質組織を呈している。この白色部(Niリッチ相)は高硬度なマルテンサイ

Table 2 Tensile properties of MIM Fe-6Ni-0.5Mo-0.2Mn steels sintered at 1523 K and tempered at 473 K.

	Type 123	Type 4SP
Density (%)	95.1	95.7
Tensile strength (MPa)	1983 max. 2047	1767 max. 1830
Elongation (%)	4.7	4.2

ト相あるいは軟らかい残留オーステナイト相であるが、Fig.3に見られるようにType4SP粉末材では各試料間、あるいは同一試料内においてNiリッチ相同士が密集した部分や疎な部分が存在しており、つまり巨視的にはType123粉末材と比較するとNiリッチ相が基地中に、かなり不均質に分布していることがわかる。

Fig.4に、両粉末の熱処理材におけるNiリッチ相の中心からのEPMAによるNi濃度のプロファイルを示す。なお計算上、Niが約12.4%以上偏析すればMf点が室温以下となりリッチ相中に軟らかい残留オーステナイトが生成する³⁾ことが知られており、本試料においてもX線回折分析により残留オーステナイト相が確認された。また前掲のFig.2の結果を考慮に入れてこれらを解釈すると、単独のNi粉末あるいはNi粉末の凝

Fig.4 Effect of the different type of Ni powders on the profiles of Ni concentration in the white regions of MIM Fe-6Ni-0.5Mo-0.2Mn steels tempered at 473 K.

Fig.3 Microstructures of MIM Fe-6Ni-0.5Mo-0.2Mn steels tempered at 473 K.

Fig.5 Effect of the sintering temperature on the profiles of Ni concentration in the white regions of MIM Fe-6Ni-0.5Mo-0.2Mn steels tempered at 473 K.

集合が基地へと連続的に拡散していることが確認されるが、同一の焼結条件(1523 K×3.6 ks)であるにもかかわらず、白色部内のNi濃度はType4SP粉末材の方が高くなっている。これは、加熱脱脂後のNi粉末の形態が単体であるか凝集体であるか、ならびに添加したNi粉末の粒径差(•Type123—平均粒径5 μm •Type4SP—10~20 μmに分級)に起因したものと考えられる。以上のことから、Type4SP粉末材での強度の低下はType123粉末材と比較してNiリッチ相の分布状態が巨視的にはより不均質であったこと、ならびに白色部内でのNi濃度が高く、それと同時に基地へのNiの拡散(Ni成分傾斜域)が少なかったことに起因したものと推察される。

3.3 メゾヘテロ組織の最適化

白色部において高Ni濃度のものは、Ms点が低下して常温でも軟らかい残留オーステナイト相が生成することは前項で説明した。そこで、Niをより基地中に拡散させるため温度を1523 Kから1573 Kと50 K上昇させて保持時間3.6 ksの焼結を行った。Fig.5にType4SP粉末材において焼結温度を変化させた熱処理材のEPMAによるNi濃度のプロフィールを示す。これより、焼結温度を上昇させることでNiが基地へとより拡散し、白色部内のNi濃度も低下していることがわかる。そこで、これら試料を引張試験に供した。一連の結果をFig.6に示す。焼結温度を上昇しNiをより拡散させたことで、引張強度は約100 MPa上昇した。これは焼結温度の上昇による密度の相違がほとんどないことから、リッチ相を形成しているNiをより拡散させるというメゾヘテロ組織の制御が強度の向上につながったと言える。

しかしながら、さらなる高強度化、高性能化を図るために残留オーステナイト相の減少、Niリッチ相の分布ならびに寸法等の制御を考慮して⁹⁾作製したType4SP粉末材は、今回の

Fig.6 Tensile properties of MIM Fe-6Ni-0.5Mo-0.2Mn steels sintered at 1523 K and 1573 K, and tempered at 473 K.

実験ではType123粉末材の機械的性質に劣る結果となった。これはメゾヘテロ組織をさらに追求し理解しなければならないことを示唆している。単にNiリッチ相が基地中に存在し、それらが強度向上に寄与するというだけでなく、例えば基地組織へのNiの拡散率、基地組織と白色部組織との界面における整合性、引張試験によるリッチ相中の残留オーステナイトの応力誘起マルテンサイトへの変態、白色部組織においてMoが若干混入したNi-Moリッチ相の存在、あるいはNiリッチ相中のC量など、さらに多面的に検討する必要がある。

いずれにしても、このようなメゾヘテロ組織を解明し意図的に制御することが可能になれば、さらなる高性能化、高能化につながることは言うまでもない。

4 結 言

粒径や性状の異なる2種類のNi粉末を用いてFe-6Ni-0.5Mo-0.2Mn (mass%)のMIM材を作製し、その熱処理材の静的特性ならびにメゾヘテロ組織の最適化について調査、検討した結果、以下の結論を得た。

- (1) 加熱脱脂後の試料においてType123粉末材では数個~十数個のNi粉末が凝集していたが、Type4SP粉末材ではNi粉末の凝集は観察されず、基地中に単独で分散していた。
- (2) 両Ni粉末材(焼結温度1523 K)において密度の差はないものの、Type4SP粉末材はType123粉末材と比較して引張強度が低下した。これはNiリッチ相の分布状態が各試料間あるいは同一試料内において、より不均質であったことならびに白色部内のNi濃度が高く、それと同時に基地へのNiの拡散率の低下に起因したものと推察される。

(3) Type4SP 粉末材において焼結温度を 1523 K から 1573 K へと 50 K 上昇させることで、引張強度が約 100 MPa 上昇した。これは Ni の拡散率の増加に起因したものと推察されるが、Type123 粉末材と比較すると依然として引張強度、伸びともに低い値であることから、さらにメゾヘテロ組織の最適化に向けて、多面的に検討する必要がある。

文 献

1) 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.

2) 松田光弘, 三浦秀士: "焼結低合金鋼の高性能化に向けたメゾヘテロ組織制御", 粉体および粉末冶金, 47(2000)681-685.

3) 例えば須藤一ほか: 鉄鋼材料, 日本金属学会, (1988)242.

4) M.Matsuda and H.Miura: "Application of Heterogeneous Microstructure to Ultrahigh...", Proceedings of 2000 Powder Metallurgy World Congress, Kyoto, Japan Society of Powder and Powder Metallurgy, (2000), in press.