研 究

高速度工具鋼と低合金鋼の焼結接合材の組織と強度

加藤 寛敬^{☆1}, 鷲田 一夫^{☆2}, 曾田 裕二^{☆3}^{☆1} 福井工業高等専門学校機械工学科, 〒916-8507 鯖江市下司町.^{☆2} 福井県工業技術センター, 〒910-0102 福井市川合鷲塚町.^{☆3} 三菱製鋼㈱, 〒969-3471 福島県河沼郡河東町大字広田字六丁.

Microstructure and Strength of Sinter-Bonding of High Speed Steel and Low Alloy Steel

Hirotaka Kato^{☆1}, Kazuo Washida^{☆2} and Yuji Soda^{☆3}^{☆1} Dept. Mech. Eng., Fukui National College of Technology, Geshi-cho, Sabae 916-8507.^{☆2} Industrial Technology Center of Fukui Prefecture, Kawaiwashizuka-cho, Fukui 910-0102.^{☆3} Mitsubishi Steel Mfg. Co., LTD., Hirota, Kawahigashi-machi, Kawanuma-gun, Fukushima 969-3471.

Received December 13, 2001

SYNOPSIS

High speed steel and low alloy steel were bonded by powder sintering processes in order to investigate the effects of carbon content of high speed steel and sintering temperature on the bonding behavior. Two type bonding methods were studied, i.e. the process A in which high speed steel and low alloy steel green compacts were bonded by sintering without a bonding pressure, and the process B in which two-layer powders of the steels compacted and then sintered. The density, microstructure and four-point bending strength of the bonded specimens were examined. It was found in the process A that the two steels were not bonded at lower sintering temperature than the temperature (T_s) at which the relative density of sintered high speed steel reached 98%, and that bonded specimens showed the highest bending strength at higher sintering temperature than the T_s by 20 K. In the process B, there was no significant influence of carbon content and sintering temperature on the bending strength, and the maximum bending strength was lower than that of the bonded specimens by the process A. This was considered to be due to both the micro-pores produced at the interface and the residual tensile stress of the bonded specimens.

KEY WORDS

sinter-bonding, high speed steel, low alloy steel, microstructure, bending strength

1 結 言

粉末の焼結現象を利用して異種材を接合させる焼結接合として、材質の異なる粉末を別々に圧縮成形しそれを組立てて焼結する圧粉体同志接合と、同一金型内で材質の異なる粉末を2層に充填し圧縮成形した後焼結により接合させる2層成形接合がある^{1,2)}。これらの接合方法は、一般に接合圧力を付与せずに接合しニヤネットシェイプに製造できるため、生産性がよいという特徴がある。しかしながら、接合強度を十分に把握する必要があると思われる。とくに、耐摩耗材料である高速度工具鋼と構造材料である低合金鋼の焼結接合は、工業的に重要であるにもかかわらず^{3,4)}、これらの接合強度に関する研究⁵⁾はほとんどなされていない。

そこで本研究では、高速度工具鋼と低合金鋼の圧粉体同志接合と2層成形接合に着目し、これらの接合材の接合組織と4点曲げ強度を評価した。また、高速度工具鋼の炭素量と焼結温度を変化させて、焼結密度や焼結時に発生する液相量が接合

組織や曲げ強度に及ぼす影響について検討した。

2 試料および実験方法

本実験で使用した鋼粉は、水アトマイズ法で製造された、神戸製鋼所製の低合金鋼粉アトメル4600(粒度: -80 mesh)と三菱製鋼製の高速度工具鋼粉M2(粒度: -100 mesh)である。Table 1に、その鋼粉の化学成分を示す。また、炭素源としてLonza製の黒鉛粉F10(平均粒径: 6 μ m)を用いた。接合材の低

Table 1 Chemical composition of steel powder.

powder	mass% of alloying element					
	C	Ni	Cr	Mo	V	W
low alloy steel powder (4600)	0.001	1.80	0.47			
high speed steel powder (M2)	0.94		3.98	4.94	2.03	6.09

合金鋼では、4600鋼粉に黒鉛粉を0.4mass%添加し混合した。高速度工具鋼では、接合材の炭素量を配合量で0.94~1.34mass%の範囲で変化させるために、高速度工具鋼粉M2に0~0.4mass%の黒鉛粉を添加した5種類の組成のものを用いた。また、金型潤滑剤として、ステアリン酸亜鉛粉末を0.75mass%添加した。

Fig.1に、圧粉体同志接合および2層成形接合の成形・接合方法を示す。粉末の圧縮成形は、12×12mmの加圧面を持つ金型を作成し、万能試験機により成形圧力600MPaで行った。圧粉体同志接合では、幅12×12mm、高さ15mmの低合金鋼および高速度工具鋼の単味圧粉体を別々に作り、それらを組立てて焼結した。2層成形接合では、金型内に低合金鋼粉を充填した後、高速度工具鋼粉を充填し、幅12×12mm、高さ30mmに圧縮成形し焼結した。また、接合材の強度を考察するために、2層成形接合材と同じ寸法で、低合金鋼および高速度工具鋼それぞれの単味圧粉体も作製し焼結した。

焼結接合は、真空炉により真空度約 10^{-2} Paで行った。焼結温度は1453, 1473, 1493, 1513, 1533Kの5種類で、保持時間はそれぞれ3.6ksとした。いずれの接合法においても高速度工具鋼が上になるように圧粉体を設置した。焼結時の接合圧力は無負荷で、試験片の自重のみで接合を行った。圧粉体同志接合では、成形時にできた圧粉体の接合面のバリを、耐水研磨紙で取り除いてから圧粉体を組立てた。焼結後は、高速度工具鋼の焼入れ硬化を図るために0.3MPaの窒素ガスで加圧冷却した。なお、焼き戻しなどの熱処理は実施していない。

焼結材は、アルキメデス法により焼結密度を求め、さらに研磨した試料で光学顕微鏡組織観察およびEPMA元素分析を行った。また接合材の強度評価は、JIS R-1601に準拠したFig.2に示す4点曲げ試験により行った。試験片の幅を8mmに研削し、曲げスパンは6mmと20mmで行った。また、曲げ試験した試験片の破断部の断面組織観察も行った。また、接合材の残留応力を、X線回折法(特性X線Cr-K α , $\sin^2\psi$ 法)により測定した。

3 実験結果および考察

3.1 焼結密度および寸法収縮率

Fig.3に、焼結温度と高速度工具鋼の炭素量が及ぼす単味焼結材の焼結密度への影響を示す。通常の高速度工具鋼の焼結

Fig.1 Bonding methods. (a) Bonding of two green compacts, (b) Bonding by two-layer compacting.

で見られるように^{6,7)}、それぞれの炭素量においてある焼結温度で急激に密度が高くなっており、その温度以上では相対密度が100%に近い値を示した。そこで、各炭素量において相対密度が98%に到達した温度を今後Tsと呼ぶ。図中に、各炭素量におけるTsを矢印で示してある。この温度Tsは、炭素量が多くなれば低くなっており、M2高速度工具鋼におけるM2-炭素擬2元系状態図の固相線⁸⁾より5~10K高い温度であった。このTsの温度で急激に焼結密度が高くなったのは、焼結時に液相が発生したためである。

圧粉体の焼結による寸法収縮率は、高速度工具鋼ではTs以上の温度の条件において約8%と大きな値を示した。一方低合金鋼では、温度による焼結密度への影響はほとんどなく、圧粉体の焼結による寸法収縮率も約0.5%と小さかった。すなわち、Ts以上の温度の条件では、高速度工具鋼と低合金鋼とで焼結時の寸法収縮量に大きな差が生じていた。

3.2 焼結接合材の組織

Fig.4に、炭素量0.94mass%、焼結温度1493Kの試料と、炭素量1.14mass%、焼結温度1513Kの試料、および炭素量1.34mass%、焼結温度1513Kの試料の接合界面組織を示す。これらの組織観察は、研磨仕上げした試料を塩化第二鉄溶液で腐

Fig.2 Method of four points bending test for bonded specimen.

Fig.3 Relationship between sintering temperature and sintered density.

Fig.4 Microstructure of bonding interface for specimens of 0.94mass% sintered at 1493 K, 1.14 mass% sintered at 1513 K, and 1.34 mass% sintered at 1513 K.

食させて行った。この組織において、右側が高速度工具鋼、左側が低合金鋼である。組織中で黒く見える部分はポアである。

まず圧粉体同志接合について見ると、焼結温度が T_s より低い条件(炭素量0.94 mass%, 焼結温度1493 K)では接合しなかった。一方 T_s の条件(1.14 mass%, 1513 K)では、良好な接合組織が得られ、高速度工具鋼のポアもほとんど無くなっていた。さらに、低合金鋼側の接合部近傍に白色に観察される拡散層も認められた。また、焼結温度が T_s より高い条件(1.34 mass%, 1513 K)では、高速度工具鋼の結晶粒が粗大化していることがわかる。

次に2層成形接合について見ると、 T_s より温度の低い条件(0.94 mass%, 1493 K)では、高速度工具鋼の焼結密度が低いためポアが多く観察されるものの、接合界面は良好な組織が得られた。一方 T_s の条件(1.14 mass%, 1513 K)では、高速度工具鋼の密度が上がっている条件にもかかわらず、高速度工具鋼の接合部近傍で比較的大きなポアが観察された。このポアは、接合面から離れると徐々に少なくなり、約2~3mm以上離れると観察されなかった。したがってこのポアは、接合部付近の高速度工具鋼の焼結収縮が低合金鋼により拘束されて緻密化が阻害されたために生じたもの⁹⁾と考えられる。一方、焼

結温度が T_s より高くなると、高速度工具鋼側の接合部近傍で不規則形状をしたボアが観察された。このボアは、接合面から約0.8mm以上離れると観察されなかった。また、焼結温度

が1533Kと高い条件の圧粉体同志接合材にも、このようなボアが観察された。したがってこのボアは、高速度工具鋼で発生した液相が低合金鋼に拡散したために生じた流出孔と考えられる。なお、2層成形接合の接合界面を圧粉体同志接合と比較すると、圧粉体同志接合では接合界面の境が直線的であるのに対し、2層成形接合では接合界面が凹凸状になっており、成形時に低合金鋼と高速度工具鋼の粉末が絡み合って焼結時に接合されたことがわかる。

Fig.5に、接合界面におけるEPMA元素分析の結果の例を示す。この試料は、炭素量1.14mass%、焼結温度1513Kの条件の圧粉体同志接合材である。高速度工具鋼の合金元素であるC, Cr, Mo, V, Wが低合金鋼側に拡散していることがわかる。この拡散層の厚みは0.35mmと見積もられ、結晶粒が粗大化して光学顕微鏡で白っぽく観察された層の厚みと一致していた¹⁰⁾。また、接合部近傍においてピッカース硬さ試験により硬さ分布を調査したところ、拡散層の硬さは、高速度工具鋼のマトリックス硬さHV750と低合金鋼のマトリックス硬さHV180の間の値を示し、接合界面から離れるにしたがって徐々に低下していた。そこで、このEPMAおよび光学顕微鏡による組織観察により拡散層の厚みを求め、それを焼結温度(絶対温度)の逆数に対してプロットしたものをFig.6に示す。この図の試験片は、炭素量1.04mass%のものである。圧粉体同志接合において、接合しなかった T_s より低い温度の条件では、拡散層は認められなかった。一方、2層成形接合では T_s 以下の温度でも数10 μm の拡散層が観察された。また、 T_s 以上の温度になると、液相が発生するため圧粉体同志接合でも拡散層が認められるようになり、とくに2層成形接合では数mmの厚みに及ぶ拡散層が生成していた。

Fig.5 EPMA of alloying elements at bonding interface (Specimen: bonded of two green compacts, carbon content 1.14mass%, sintering temperature 1513 K).

Fig.6 Relationship between thickness of diffusion layer and sintering temperature.

3.3 接合材の4点曲げ強度

Fig.7に、接合材ではない単焼結材の4点曲げ強度の結果を示す。高速度工具鋼の焼結材では、焼結温度が上昇するにしたがって曲げ強度が増加し、各炭素量において相対密度が98%に到達した焼結温度 T_s 付近で最大の強度(700~1100MPa)を示した。しかし、焼結温度が T_s より高くなると曲げ強度は低下した。これは、焼結温度が T_s より高くなると、結晶粒が粗大化するためである⁷⁾。なお、焼結温度1513Kにおける炭素量1.34mass%と、焼結温度1533Kにおける炭素量が1.14mass%以上の条件のデータが無いのは、この条件では液相量が多すぎるために焼結材が変形して曲げ試験ができなかったためである。

次に、圧粉体同志接合材の4点曲げ強度をFig.8に示す。液相の発生しない T_s より低い焼結温度では全く接合せず、曲げ強度は0であった。しかしながら、焼結温度が上昇するにしたがっていずれの炭素量においても曲げ強度が増加し、 T_s より約20K高い焼結温度で最大曲げ強度(500MPa)を示した。さらに焼結温度が高くなると曲げ強度は低下した。この曲げ強度の変化を破断位置と関連付けて検討するため、4点曲げ破断試験片の破断部の組織を観察した。

Fig.9に、圧粉体同志接合材の4点曲げ破断試験片における破断部の断面組織写真を示す。Fig.9(a)は、 T_s の条件の試験片(1.24mass%, 1493K)で、高速度工具鋼の相対密度は98%に到達しているが曲げ強度は低かったものである。この試験片では接合部で破断しており、液相量が少なかったために接合界面の強度は低かったと考えられる。一方Fig.9(b)は、曲げ強度が最も高かった試験片(1.24mass%, 1513K)で、 T_s より温度が高くなって液相量が増えると接合部の強度は増加し、組織が粗大化した高速度工具鋼で破断したことがわかる。以上のこ

とより、接合材の強度の観点からすると、圧粉体同志接合ではある程度の液相量が必要で、 T_s より20K高い焼結温度が適しているといえる。

次に、Fig.10に2層成形接合材の4点曲げ強度を示す。多少ばらつきはあるものの焼結温度、炭素量に関係なく200~450MPa

Fig.8 Effect of sintering temperature and carbon content on four points bending strength for bonded specimen of two green compacts.

Fig.7 Effect of sintering temperature and carbon content on four points bending strength for sintered high speed steel specimen.

Fig.9 Microstructure of section of specimen ruptured by four-point bending test (Specimen: bonded of two green compacts, (a) 1.24 C, 1493 K, (b) 1.24 C, 1513 K).

Fig.10 Effect of sintering temperature and carbon content on four points bending strength for specimen bonded by two-layer powder compacting.

Fig.12 Relationship between carbon content and residual stress of the specimen bonded at 1493 K by two-layer powder compacting.

Fig.11 Microstructure of section of specimen ruptured by four-point bending test (Specimen: bonded by two-layer compacting, (a) 0.94 C, 1493 K, (b) 1.04 C, 1513 K).

の範囲の値を示し、その値も Fig.7 の単焼結材より低かった。すなわち、液相の発生しない T_s より低い焼結温度でもある程度の曲げ強度を示すが、焼結温度が T_s 以上になって高速

度工具鋼の密度が高くなっても、曲げ強度の変化に増加傾向は認められなかった。また、曲げ強度の最大の値も、圧粉体同志接合のそれと比べると若干低かった。

Fig.11 は、2層成形接合材の4点曲げ破断部の断面組織写真である。Fig.11 (a) は、焼結温度が T_s より低い条件の試験片 (0.94 mass%, 1493 K) で、密度の上がない高速度工具鋼で破断していたことがわかる。また Fig.11 (b) は、高速度工具鋼の相対密度が 98% に到達した T_s の条件の試験片 (1.04 mass%, 1513 K) で、高速度工具鋼の接合部近傍で焼結収縮の阻害が原因で発生していたポアに沿うように破断していた。なお、焼結温度が T_s より高い条件の試験片では、接合部近傍で観察された流出孔と思われるポアに沿って破断していた。したがって、これらのポアが、 T_s 以上に焼結温度が高い条件でも 2層成形接合材の曲げ強度が上らなかった理由の一つと考えられる。

Fig.12 は、焼結温度 1493 K における 2層成形接合材の高速度工具鋼の炭素量に伴う残留応力の変化を示したものである。この残留応力は、接合面から 2 mm 離れた高速度工具鋼側で測定し、応力の測定方向は接合面に平行である。この図より、炭素量が多い試験片では引張残留応力が発生していることがわかる。この焼結温度では、炭素量 1.24 mass% 以上で高速度工具鋼の相対密度が 98% 以上になっており、高速度工具鋼の焼結時の寸法収縮量が低合金鋼と比べて大きくなっているために、引張残留応力が発生したと考えられる。したがって、この引張残留応力も高速度工具鋼の密度が上がっている 2層成形接合材で曲げ強度が低かった原因と考えられる。

以上のことから、2層成形接合材は、高速度工具鋼側のポアや接合材の引張残留応力が原因で、焼結温度、炭素量に関係なく曲げ強度がほぼ一定の低い値を示したと考えられる。

4 ま と め

本研究では、低合金鋼と高速度工具鋼の焼結接合として圧粉体同志接合と2層成形接合に着目し、高速度工具鋼の炭素量を0.94mass%から1.34mass%、焼結温度を1453 Kから1533 Kの範囲で変化させ、この2つの接合材の組織や曲げ強度について調査した。得られた結論は次の通りである。

- (1) 圧粉体同志接合では、液相の発生しない条件では全く接合しないが、高速度工具鋼の相対密度が98%に到達した温度 T_s 以上の焼結温度で、良好な接合組織が得られた。一方2層成形接合では、 T_s の条件では焼結収縮が阻害されたためにできたと思われるポアが高速度工具鋼の接合部近傍で観察され、さらに T_s より高い焼結温度では流出孔と考えられるポアが接合部近傍で観察された。
- (2) 圧粉体同志接合は、高速度工具鋼の単味焼結材の最大曲げ強度を示した温度 (T_s) より 20 K 高い焼結温度で最大の曲げ強度を示し、接合にはある程度の液相量が必要であることがわかった。
- (3) 2層成形接合の曲げ強度は、焼結温度、炭素量に関係なくほぼ一定の値を示し、その最大値も圧粉体同志接合のそれと比べると若干低かった。これは、高速度工具鋼の接合部近傍のポアや接合材の引張残留応力が原因と考えられた。

文 献

- 1) 早坂忠郎, 浅香一夫: "鉄系粉末冶金部品の接合法", 材料科学, 21(1984)160-166.
- 2) 間山治, 山田晃二: "焼結機械部品の接合技術について", 素形材, 27(1986)11-15.
- 3) 高橋堅太郎, 平岡武, 中村義勝, 川村治, 清水一夫: "耐摩耗性焼結合金 PE1", 日本金属学会会報, 23(1984)422-424.
- 4) 川村治: "焼結接合技術の展開", 内燃機関, 26(1987)58-63.
- 5) I. Gotman and E. Y. Gutmanas: "Joining of P/M T15 high speed steel with 4640 steel by cold sintering", Powder Metall. Int., 19(1987)11-14.
- 6) C. S. Wright and B. Ogel: "Supersolidus sintering of high speed steels", Powder Metall., 36(1993)213-219.
- 7) 鎌田善仁, 徳山幸夫: "水アトマイズ工具鋼粉末の特性と用途", 素形材, 26(1985)7-13.
- 8) R. H. Barkalow, R. W. Kraft and J. I. Goldstein: "Solidification of M2 high speed steel", Metall. Trans., 3(1972)919-926.
- 9) 松本修次, 野村浩, 松原秀影, 清水正義: "液相焼結の MC シミュレーション—基板拘束の影響—", 粉体粉末冶金協会平成13年度秋季大会概要集, (2001)240.
- 10) I. Gotman and E. Y. Gutmanas: "Diffusion and microstructural changes at 1200°C in cold-sintered T15-4640 joints", J. Mat. Sci. Lett., 6(1987)1303-1306.