
高圧縮性複合合金鋼粉 KIP シグマロイの特性

Properties of Composite-Type Alloy Steel Powders "KIP SIGMALOY" with High Compressibility

小倉 邦明(Kuniaki Ogura) 阿部 輝宣(Teruyoshi Abe) 槇石 幸雄(Yukio Makiishi)
高城 重彰(Shigeaki Takajo) 峰岸 俊幸(Toshiyuki Minegishi) 初谷 栄治(Eiji Hatsugai)

要旨：

高密度、高強度部品用の鋼粉として、複合合金鋼粉 KIP シグマロイを開発し、その特性を調べた。複合合金鋼粉は純鉄粉粒子表面に微細な合金元素粉末を冶金結合させたもので、圧縮性と焼結時の合金元素拡散性が高く、その結果、焼結体の密度、寸法精度、機械的特性に優れている。2～20%の Cu を合金元素とするシグマロイ Cu は、従来の混粉法にくらべて、焼結体の強度が 10%、寸法精度が 30%向上する。また、2～4%Ni-1.5%Cu-0.3～0.5%Mo を含有するシグマロイ 215、315 および 415 は純鉄粉と同等以上の圧縮性を有し、焼結体組織の均一性が高いため、混粉法にくらべて強度と靱性が 10%以上向上する。

Synopsis：

Composite-type alloy steel powders, KIP SIGMALOY, have been developed for the production of high density and heavy duty structural parts. The powders are characterized by metallurgically bonding fine particles of alloying elements on the surfaces of soft iron particles, and satisfy both compressibility at compaction and alloy diffusivity during sintering. SIGMALOY Cu powders, which contain 2 to 20% Cu as an alloying element, suppress "copper growth" during sintering and hence improve sintered strength by 10% and dimensional accuracy by 30%, when compared with conventional powder mixes. SIGMALOY 215, 315 AND 415 powders with compositions 2 to 4%Ni-1.5%Cu-0.3 TO 0.5%Mo attain compressibility equal to or higher than that of pure iron powders and improve the homogeneity of sintered specimens, resulting in over 10% higher strength and toughness than those of sintered powder mixes.

(c)JFE Steel Corporation, 2003

本文は次のページから閲覧できます。

Properties of Composite-Type Alloy Steel Powders “KIP SIGMALOY” with High Compressibility



小倉 邦明
Kuniaki Ogura

ハイテック研究所 新素材研究センター金属粉末グループ 主任研究員(掛長)



阿部 輝宜
Teruyoshi Abe

ハイテック研究所 新素材研究センター金属粉末グループ



榎石 幸雄
Yukio Makiishi

ハイテック研究所 新素材研究センター金属粉末グループ



高城 重彰
Shigeaki Takajo

ハイテック研究所 新素材研究センター金属粉末グループ 主任研究員(課長)・理博



峰岸 俊幸
Toshiyuki Minegishi

千葉製鉄所 管理部鉄粉管理室



初谷 栄治
Eiji Hatsugai

千葉製鉄所 鉄粉・溶接棒部鉄粉・溶接棒技術室 主査(課長)

要旨

高密度、高強度部品用の鋼粉として、複合金鋼粉 KIP シグマロイを開発し、その特性を調べた。複合金鋼粉は純鉄粉粒子表面に微細な合金元素粉末を冶金結合させたもので、圧縮性と焼結時の合金元素拡散性が高く、その結果、焼結体の密度、寸法精度、機械的特性に優れている。2~20%のCuを合金元素とするシグマロイCuは、従来の混粉法にくらべて、焼結体の強度が10%、寸法精度が30%向上する。また、2~4%Ni-1.5%Cu-0.3~0.5%Moを含有するシグマロイ215, 315および415は純鉄粉と同等以上の圧縮性を有し、焼結体組織の均一性が高いため、混粉法にくらべて強度と靱性が10%以上向上する。

Synopsis:

Composite-type alloy steel powders, KIP SIGMALOY, have been developed for the production of high density and heavy duty structural parts. The powders are characterized by metallurgically bonding fine particles of alloying elements on the surfaces of soft iron particles, and satisfy both compressibility at compaction and alloy diffusivity during sintering. SIGMALOY Cu powders, which contain 2 to 20% Cu as an alloying element, suppress “copper growth” during sintering and hence improve sintered strength by 10% and dimensional accuracy by 30%, when compared with conventional powder mixes. SIGMALOY 215, 315 and 415 powders with compositions 2 to 4%Ni-1.5%Cu-0.3 to 0.5%Mo attain compressibility equal to or higher than that of pure iron powders and improve the homogeneity of sintered specimens, resulting in over 10% higher strength and toughness than those of sintered powder mixes.

1 緒 言

焼結機械材料は年々その適用範囲を広げており、機械的特性もより高水準のものが要求されている¹⁾。特性向上の基本的な手段は、合金元素の添加と部品密度の増加であり²⁾、その目的に合致した合金鋼粉への期待は大きい。

合金元素の添加は、これまでおもに2種の方法—混粉 (Mixed) 法と予合金 (Prealloy) 法—によってきた。混粉法は、合金組成に応じて主原料の鉄粉を変更する必要がなく簡便であると同時に、粉末の圧縮性も良好であるが、合金元素が偏析しやすいこと、焼結時に合金元素が拡散しにくく、添加元素の効果が不充分であることなどの欠点がある。拡散促進のためには添加元素粉末を細かくすることが有効であるが、混合粉末中の元素偏析が助長されたり、金型充填時の流動性が低下したりして、製品特性のばらつきが大きくなる問題が残る。一方、均質合金化した鋼粉を用いる予合金法は、焼結体

組成の均一性は優れているが、圧縮性は一般に劣る。最近、高圧縮性の予合金鋼粉が開発されている^{3,4)}ものの、合金元素添加量にはおのずと限界がある。

当社が開発した複合金鋼粉 KIP シグマロイ (Composite-type alloy steel powders KIP SIGMALOY) は、このような問題点を解決し、混合粉末の圧縮性と予合金鋼粉の均一性とを両立させることを狙ったものであり、鉄粉粒子表面に、微細な合金成分粉末を冶金結合させることによってこれを実現させた。

本報告では、Cu系およびNi-Cu-Mo系の複合金鋼粉の諸特性を、混粉法ならびに予合金法と対比させながら、焼結体の品質におよぼす合金元素とその添加方法の影響について述べる。

2 複合金法の考え方

複合金鋼粉は、鉄粉と合金元素粉末との混合物を還元ガス雰囲気中で加熱処理し、異種粒子を部分的に冶金結合させて製造する。

* 昭和62年4月20日原稿受付

複合金鋼粉の圧縮性と焼結体の組織均一性とを両立させるには、原料粉末と熱処理条件の選定が重要になる。原料鉄粉はとくに圧縮性に優れたものを選ぶ。また、合金元素粉末は、焼結時の鉄中への拡散を容易にし、焼結体の均一性を高めるため、 -325 メッシュ以下の細かいものを用いる。一方、複合金化のための熱処理は、異種粒子の冶金結合が強すぎると圧縮性が劣化し、弱すぎると流動性と合金元素の均一性が劣化するため、組成に応じて、正確に設定、制御する必要がある。

Photo 1 には一例として、複合金鋼粉 KIP シグマロイ Cu(2% Cu) の粒子表面を示す。Cu は約 $2\mu\text{m}$ の大きさで、鋼粉粒子表面に島状に冶金結合しており、通常の混粉法で用いる Cu 粉末の粒度



Photo 1 Scanning electron micrographs of particle of SIGMA-LOY Cu (2%Cu)

Table 1 Chemical composition of SIGMALOY powders (%)

	Ni	Cu	Mo
SIGMALOY Cu	—	2~20	—
SIGMALOY 215	2	1.5	0.3
SIGMALOY 315	3	1.5	0.5
SIGMALOY 415	4	1.5	0.5

(数 $10\mu\text{m}$) に比較して、きわめて微細である。なお、KIP シグマロイ鋼粉には、KIP シグマロイ Cu と、Ni-Cu-Mo 系の KIP シグマロイ 215, 315 および 415 がある。この組成を Table 1 に示す。

3 Cu 系複合金鋼粉の特性

3.1 実験の目的

Cu は鉄系焼結部品において最も広く用いられる合金元素であり、通常、鉄粉に Cu 粉を混合する混粉法によって添加される。しかし、混粉法では Cu が偏析しやすい上に、焼結時のいわゆる銅膨張⁵⁾によって焼結体が膨張し、部品の寸法精度や機械的特性が劣化する問題がある。

シグマロイ Cu は、Cu の複合金化によってこの点を改善したもので、Cu 量が 20% 以下の範囲で製造している。ここでは、Fe-2% Cu の組成について、粉体特性ならびに焼結挙動、焼結体特性を混粉法と比較調査し、複合金添加法の優れた特性とその原因を明らかにする。

3.2 実験方法

アトマイズ純鋼粉をベースとする 2%Cu の複合金鋼粉 (シグマロイ Cu) を用いた。比較粉末は、シグマロイ Cu のベースと同一のアトマイズ鉄粉に、 -150 メッシュの電解銅粉を 2.0% 混合したものとした。これらの粉末にステアリン酸亜鉛 1% を添加し、圧力 490 MPa で成形したのち、75% H_2 -25% N_2 混合ガス中で、 1120°C で 30 min 焼結して、焼結寸法変化、焼結体抗折力およびそれらのばらつきを測定した。また、焼結挙動を明らかにするため、Cu 融点 (1083°C) 以下の 950°C , 1050°C まで昇温した成形体の Cu および空洞の分布を求め、さらに、長さ 55 mm の成形体の昇温途中の寸法変化を熱膨張計によって測定した。

3.3 結果と考察

2%Cu 複合金鋼粉における、鉄粉粒子表面の Cu の大きさは、Photo 1 に示すように約 $2\mu\text{m}$ であり、混粉法で用いた銅粉にくらべてきわめて細かい。Table 2 は、複合金鋼粉の見掛け密度、流動度および圧粉密度を混粉法と比較したもので、複合金鋼粉は細かい Cu 粒子を含むにもかかわらず、潤滑剤を混合しても流動性の劣化が小さい。これは、Cu 粒子が鉄粉表面に強固に結合して、その凹凸によって潤滑剤が良好に付着保持されるためと考えられる。圧縮性も複合金鋼粉の方が優れている。同一のベース鉄粉を用いた混合粉末よりも高密度となるのは、Cu を鉄粉に冶金結合させる熱

Table 2 Apparent density, flow rate, and green density of powders used for Fe-2% Cu compacts

Powder	Apparent density (Mg/m ³)	Flow rate (sec/50 g)	Green density* (Mg/m ³)
Composite-type Fe-2%Cu	2.95	20.6	—
Base Fe Powder	3.03	20.6	—
Composite-type Fe-2%Cu+1%Zn-St**	3.10	26.4	6.93
Mixed powder Fe-2%Cu+1%Zn-St**	3.07	29.0	6.87

* Compacted at 490 MPa

** Zn-St: Zinc stearate as lubricant

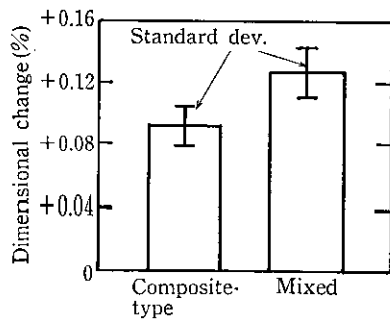


Fig. 1 Dimensional change of Fe-2%Cu compacts sintered at 1120°C for 30 min

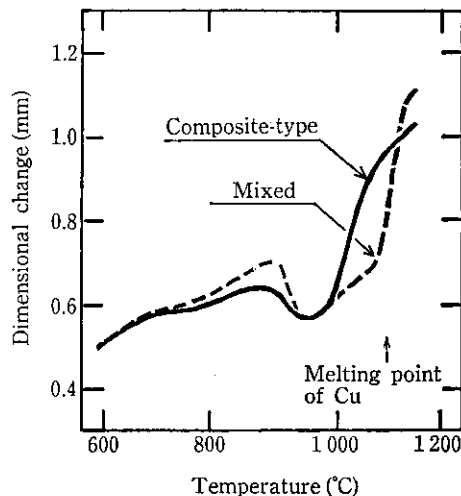


Fig. 2 Dilatometric curve of Fe-2%Cu compacts during heating

処理によって、鉄粉自体も軟化焼鈍されるためである。

Fig. 1 に焼結時の寸法変化を示す。複合金鋼粉を用いると膨張が混粉法の70%に抑えられる。また、それにとまって寸法変化のばらつきも30%減少し、寸法精度が向上している。Fig. 2は、これらの圧粉体の昇温途中における寸法変化を、熱膨張曲線として示したものである。混粉法はCuの融点を超えると急激な膨張を示すが、複合金鋼粉を用いたものは、それよりも低い900°C近辺から徐々に膨張がおこっており、Cuの融点における膨張量は小さい。Photo 2は、Cuの融点よりも低い950°Cおよび1050°Cまで昇温した成形体中のCu分布をEPMAで観察した結果である。混粉法の場合は1050°Cでも粗大なCuが残っているが、複合金鋼粉を用いたものは、950°CでCuの拡散が始まっており、1050°Cではさらに均一化が進んでいる。

Fe-Cu 焼結体の膨張現象はCuのFe中への拡散およびCu融液の鉄粉粒子間やFe粒界への浸透による⁷⁾とされるが、混粉法の場合は、Cuの融点以下では拡散が進まないため、融点を越えた時点でCu粒子が溶融し、Cu融液が急激に鉄粉粒子間やFe粒界に浸透して顕著な膨張をひきおこす。一方、複合金鋼粉の場合は、Cuめっきを施した鉄粉^{7,8)}と類似の挙動を示し、Cuの溶融前に拡散が進行するので、Cuの急激な溶融、浸透が抑制されると考えられる。

Photo 3に示すように、混粉法による焼結体には大きな空孔が認められ、拡散せずに残ったCuが溶融、流出した痕跡を示している。複合金鋼粉を用いたものでは、微細な空孔が均一に分布している。

このような空孔分布の相違は焼結体強度の差となって現われ、

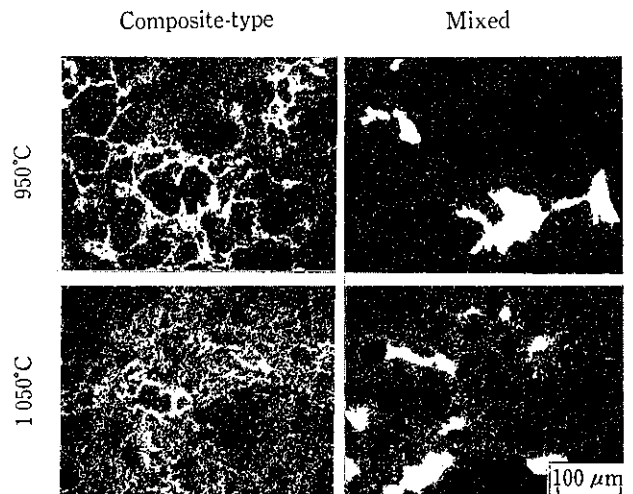


Photo 2 Copper distribution in Fe-2%Cu compacts heated up to 950°C and 1050°C

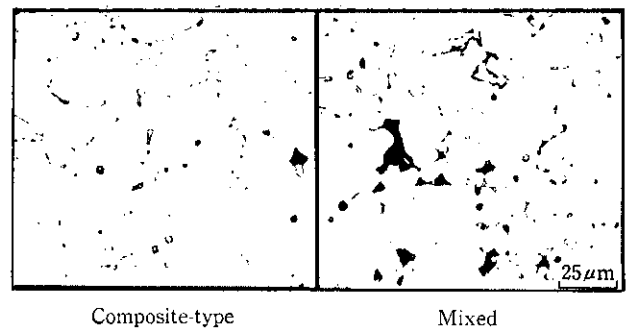


Photo 3 Pore distribution in Fe-2%Cu compacts sintered at 1120°C for 30 min

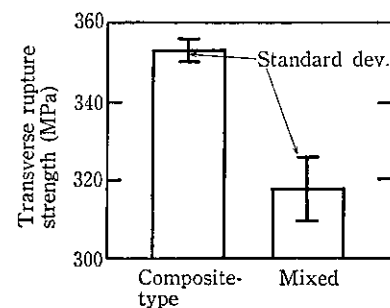


Fig. 3 Transverse rupture strength of Fe-2%Cu compacts sintered at 1120°C for 30 min

Fig. 3に示すとおり、複合金鋼粉を用いた焼結体の抗析力は混粉法にくらべて10%向上し、そのばらつきも1/3以下に改善されている。

以上のように、微細なCuを均一に複合金化したシグマロイCuは、従来の混粉法では困難であった高精度焼結部品の製造を可能とするものである。また、シグマロイCuは20%までのCu含有が可能であり、母合金粉末として銅粉にかえて用いることができる。

4 Ni-Cu-Mo系複合金鋼粉の特性

4.1 実験の目的

焼結部品の要求強度水準が高くなると、Cuのみの添加では対応

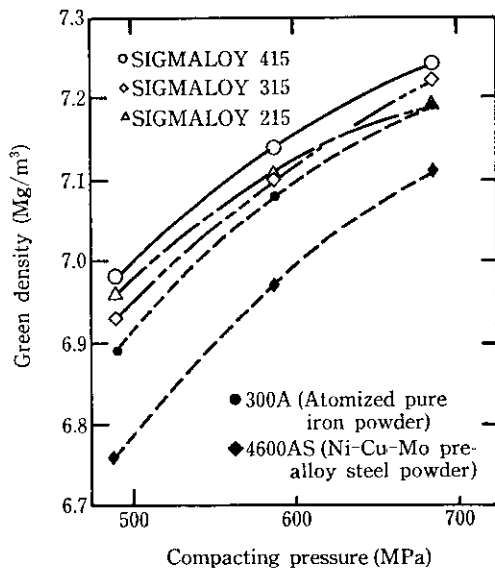


Fig. 4 Compressibility of Ni-Cu-Mo composite-type steel powders SIGMALOY 215, 315 and 415

できず、Niなどの合金添加が必要となる。NiはCuと違って焼結時に溶解しないために、均一に拡散しにくく、通常の混粉法では十分に効果が発揮できない。一方、予合金鋼粉は均一性では申し分ないが、たとえばNiが2%を超えると鋼粉の圧縮性が低下し、高密度部品の製造が困難となる。シグマロイ 215, 315, 415 は、このような要請に基づいて開発されたもので、それぞれ Table 1 に示す組成を有する Ni-Cu-Mo 系複合金鋼粉である。Fig. 4 の圧縮性曲線から明らかなように、複合金鋼粉は合金量が多いにもかかわらず、合金量の少ない予合金鋼粉 (1.5%Ni-0.5%Cu-0.5%Mo, KIP 4 600 AS) にくらべて格段に優れた圧縮性を示し、純鉄粉と同等以上である。

ここでは、Ni-Cu-Mo 系鋼粉について、浸炭焼入れした焼結体の特性におよぼす合金組成と合金添加法の影響を調べ、複合金化の効果进行を明らかにする。

4.2 実験方法

アトマイズ純鉄粉をベースに 2~4%Ni-1.5~3.5%Cu-0.3~0.6%Mo を含有する複合金鋼粉を作製した。その場合の、複合金化のための処理条件は一定とした。4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo の組成については、複合金化の処理条件を 3 段階に変化させ、異種粒子間の冶金結合の程度が異なるものを用意した。また、同一の組成について、一部の合金元素のみを複合金化し、他は混粉添加としたものも作製した。比較鋼粉としては、複合金鋼粉のベースに用いたものと同じのアトマイズ鉄粉に Ni, Cu, Mo 粉末を混合したもの、および 1.5%Ni-0.5%Cu-0.5%Mo の予合金鋼粉 (KIP 4 600) を用いた。供試鋼粉の組成を Table 3 に示す。

成形は鋼粉にステアリン酸亜鉛 1% を添加し、686 MPa の圧力で

Table 3 Chemical composition of powders used for Fe-Ni-Cu-Mo compacts (%)

Grade	Ni	Cu	Mo
Mixture	4	1.5	0.5
Composite-type	2~4	1.5~3.5	0.3~0.6
Prealloy	1.45	0.53	0.47

行った。焼結は 75% H_2 -25% N_2 混合ガス中、1250°C で 60 min とした。焼結体は 900°C、カーボンポテンシャル 0.9% で浸炭焼入れを施したのち、180°C で焼戻した。熱処理後の焼結体の機械的特性を調べるとともに、組織の顕微鏡観察および X 線による定量化を行った。

4.3 結果と考察

Fig. 5 は、組成 4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo の焼結・熱処理材の機械的特性を、一部または全ての合金元素を複合金法で添加した場合と混粉法で添加した場合とで比較した結果である。Ni を複合金化することにより、混粉法にくらべて強度、靱性とも約 10% 向上する。さらに、Cu の複合金化は強度と靱性に、Mo の複合金化は靱性に寄与している。

Photo 4 は、焼結・熱処理材における高 Ni 領域を、特性 X 線分析したものである。組成は、予合金法では、1.5%Ni-0.5%Cu-0.5%Mo、複合金法と混粉法では 4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo である。複合金鋼粉を用いたものは、混粉粉末を用いたものにくらべて焼結体中の合金成分の均一性が優れ、予合金鋼粉に近い状態が得られる。Fig. 5 における機械的特性の差は、このような合金均一性の違いによると考えられる。

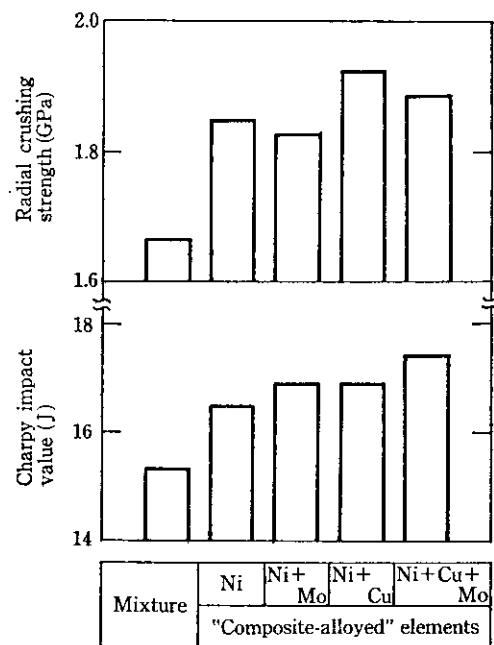
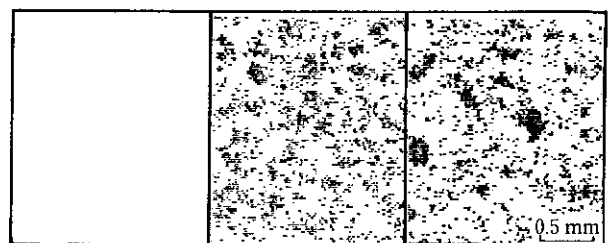


Fig. 5 Sintered and heat-treated properties of composite-type and mixed powders (4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo)



Prealloy (1.5%Ni-0.5%Cu-0.5%Mo)

Composite-type (4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo)

Mixture (4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo)

Photo 4 Electron-probe macro-analysis of sintered and heat-treated compacts (Black area corresponds to high concentration of Ni)

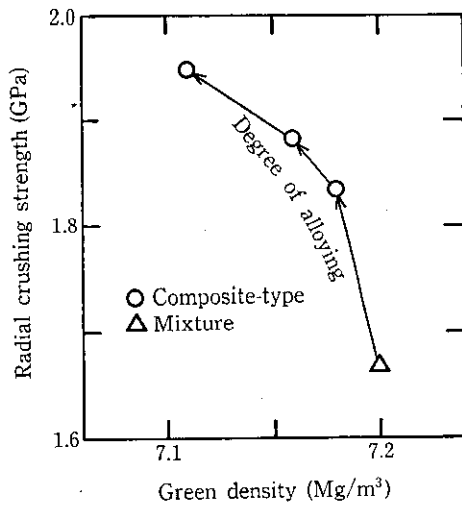


Fig. 6 Effect of degree of alloying on compressibility and radial crushing strength of sintered and heat-treated compacts (4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo)

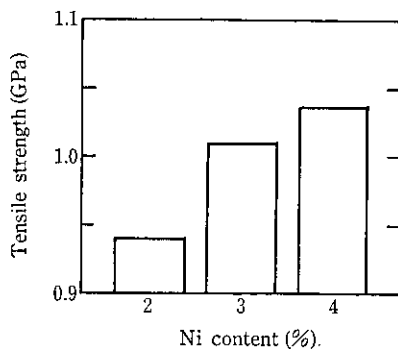


Fig. 7 Tensile strength of sintered and heat-treated compacts made from 2~4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo composite-type alloy steel powders

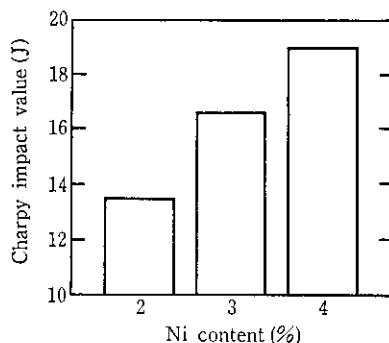


Fig. 8 Impact value of sintered and heat-treated compacts made from 2~4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo composite-type alloy steel powders

複合金鋼粉においては、複合金化のための熱処理条件によって異種粒子間の冶金結合の程度を変えることができる。その結合が強いほど焼結後の合金の均一性が高まり、機械的特性が向上する。しかし、過度の場合は鋼粉の圧縮性を損なう。この関係を Fig. 6 に示す。したがって、複合金化条件の設定と正確な制御がきわめて重要である。

Fig. 7 および Fig. 8 は 2~4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo 複合金鋼粉について、焼結・熱処理材の引張り強さおよび衝撃値を示す。い

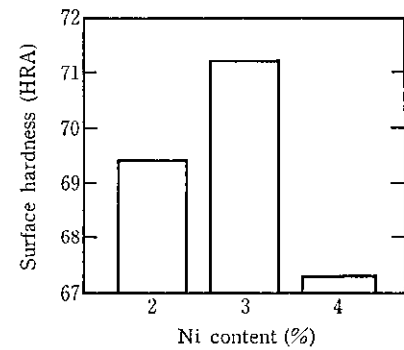


Fig. 9 Surface hardness of sintered and heat-treated compacts made from 2~4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo composite-type alloy steel powders

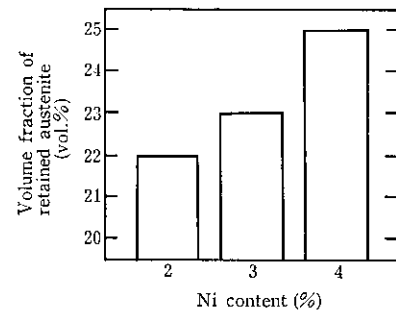


Fig. 10 Concentration of retained austenite in the surface area of sintered and heat-treated compacts made from 2~4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo composite-type alloy steel powders

れも Ni 量の増加とともに上昇する。ところが表面硬さは Fig. 9 に示すように 3%Ni で最高となり、4%Ni ではかえって低下する。これは、Fig. 10 に示すように Ni 量の増加にしたがって浸炭材表面部の残留オーステナイト量が増加するためと考えられる。Photo 5 は 4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo の場合の焼結・熱処理材の顕微鏡組織と合金元素分布とを示す。白色相が Ni 濃度の高い残留オーステナイトの多い組織に対応する。このような残留オーステナイトは焼結体の疲労特性にも影響をおよぼすと考えられるが、定量的な把握は今後の課題である。その要求特性に応じて、複合金化の熱処理条件や焼結体の熱処理条件を変更し、残留オーステナイト量を低減することは可能と考えられる。

このように、焼結体・熱処理材の特性は合金組成に大きく影響されるが、Table 4 は、2~4%Ni-1.5~3.5%Cu-0.3~0.6%Mo の複合

Table 4 Coefficients of regression equations*1 for the effect of alloying elements on sintered and heat-treated properties of Ni-Cu-Mo composite-type alloy steel powders

Property	α_{Ni}	α_{Cu}	α_{Mo}	Const.	Correlation coefficient
Dimensional change*2 (%)	-0.0479	0.298	0.0961	-0.805	0.989
Radial crushing strength (MPa)	134	76.1	303	1110	0.814
Charpy impact value (J)	2.31	0.686	9.66	3.79	0.913

*1 Property = $\alpha_{(Ni)}(\%Ni) + \alpha_{(Cu)}(\%Cu) + \alpha_{(Mo)}(\%Mo) + \text{Const.}$

*2 Dimensional change from green to heat-treated compacts

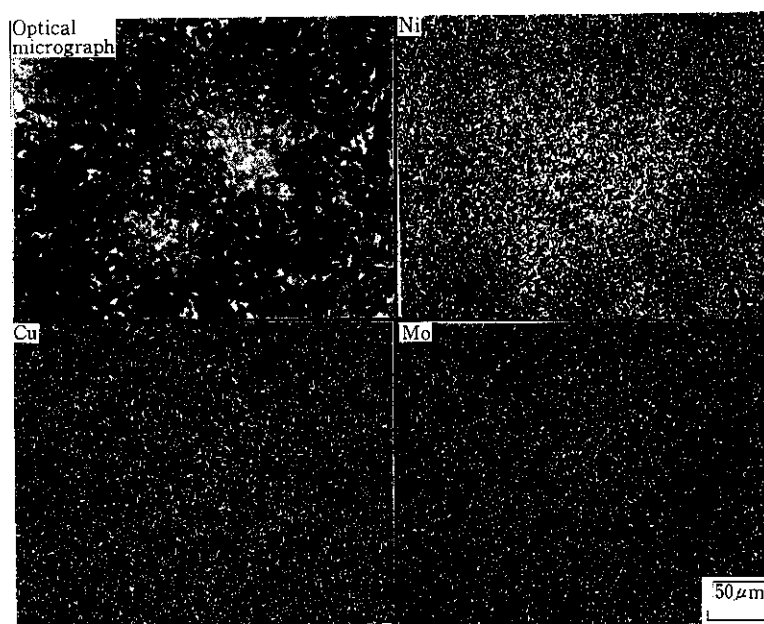


Photo 5 Microstructure and distribution of alloying elements in sintered and heat-treated compacts made from 4% Ni-1.5%Cu-0.5%Mo composit-type alloy steel powders

合金鋼粉について、焼結・熱処理材の寸法変化（圧粉体から熱処理体まで）、圧縮強さおよびシャルピー衝撃値を、それぞれ合金元素量の回帰式として求めた結果である。これにもとづいて、部品の要求特性に応じた組成の選択を行うことができる。

5 結 論

当社が開発した複合金鋼粉 KIP シグマロイの品質特性を、従来の混粉法と比較しつつ調査し、複合金添加法の特徴を明らかにするとともに、合金元素の影響につき報告した。得られた結果はつぎのとおりである。

(1) KIP シグマロイは、粉末の圧縮性と焼結時の合金元素拡散性を両立させており、圧縮性は純鉄粉と同等以上である。

(2) 2%Cuを含むシグマロイ Cu は、従来の混粉法にくらべて、焼結体の強度が10%、寸法精度が30%向上する。

(3) 2~4%Ni-1.5%Cu-0.3~0.5%Moを含むシグマロイ 215, 315 および 415 は、焼結・熱処理体の強度と靱性が、混粉法よりも10%以上高い。

今後、このような鋼粉の特徴を生かした成形、焼結法の開発により、さらに適用分野が広がることが予想される。たとえば、低温での一次焼結によって、合金元素の拡散を適度に抑え、再圧縮性を最適化してサイジングを行うことにより高密度化し、高温での二次焼結では合金元素を十分に拡散させ、高密度、高強度の焼結部品を得る方法などである。粉末冶金の発展にこの種の複合金鋼粉が大きく寄与するものと確信する。

参 考 文 献

- 1) D. W. Hall and S. Mocarski: *Int. J. Powder Metall. Powder Technol.*, **21** (1985) 2, 79
- 2) 早坂忠郎: 粉体および粉末冶金, **33** (1986) 1, 1
- 3) K. Ogura, S. Takajo, N. Yamato, and Y. Maeda: *Proceedings of International Powder Metallurgy Conference and Exhibition, Düsseldorf*, (1986), 37
- 4) 小倉邦明, 横石幸雄, 岡部律男, 高城重彰: 粉体粉末冶金協会講演大会概要集, November (1986), 54
- 5) N. Dautzenberg: *Arch. Eisenhüttenwesen*, **41** (1970) 10, 1005
- 6) W. A. Kaysser: Ph. D. thesis, Univ. Stuttgart, (1978)
- 7) 小原嗣朗, 立沢清彦: 粉体および粉末冶金, **30** (1983) 5, 190
- 8) 小原嗣朗, 立沢清彦: 粉体および粉末冶金, **33** (1986) 3, 139
- 9) N. Dautzenberg and H. J. Dorweiler: *Proceedings of International Powder Metallurgy Conference and Exhibition, Düsseldorf*, (1986), 163