

焼結後の熱処理の省略を可能とする 高強度焼結部品用合金鋼粉「JIP 21SX」

Alloyed Steel Powder “JIP 21SX” for High Strength Sintered Parts without Heat-treatment after Sintering

宇波 繁 UNAMI Shigeru JFE スチール スチール研究所 鉄粉・磁性材料研究部 主任研究員(副課長)
上ノ蘭 聡 UENOSONO Satoshi JFE スチール スチール研究所 鉄粉・磁性材料研究部 主任研究員(副部長)・工博
杉原 裕 SUGIHARA Hiroshi JFE スチール 東日本製鉄所 鉄粉・溶材部鉄粉・溶材技術室 主査(副課長)

要旨

JFE スチールは、焼結後の熱処理なしで高強度、高硬度の焼結体を実現する高強度焼結部品用ハイブリッド型合金鋼粉「JIP 21SX」を開発した。「JIP 21SX」は、2 mass%Ni-1 mass%Mo プレアロイ鋼粉に、Ni 粉、Cu 粉、黒鉛粉をバインダで付着させた合金鋼粉である。この合金鋼粉は、メッシュベルト炉の焼結条件(焼結温度 1 130°C、冷却速度 30°C/min)では、引張強さ 900 MPa、硬さ 30 HRC、回転曲げ疲れ強さ 242 MPa の焼結体特性を示す。焼結後の冷却速度をさらに大きくすると、焼結体中のマルテンサイト相の比率が増加し、引張強さおよび硬さが高くなる。50°C/min 以上で冷却することにより、マルテンサイト相の比率 70%以上となり、引張強さ 950 MPa、硬さ 35 HRC の焼結体が得られる。

Abstract:

JFE Steel has newly developed a hybrid type alloyed steel powder “JIP 21SX” for manufacturing sintered parts with high strength and hardness without secondary heat-treatment after sintering. JIP 21SX consists of 2 mass%Ni-1 mass%Mo prealloyed steel powder and Ni, Cu and graphite powders bonded to the surface of steel powder by binder. The sintered compact made of this powder sintered at mesh belt furnaces (sintering temperature: 1 130°C, cooling rate: 30°C/min) gives a tensile strength of 900 MPa, a hardness of 30 HRC and a rotating bending fatigue strength of 242 MPa. As the cooling rate increases, the fraction of martensite phase in the sintered compact also increases, resulting in improved tensile strength and hardness. The sintered compact cooled at a rate of more than 50°C/min shows an amount of martensite phase of more than 70%, resulting in a tensile strength of 950 MPa and a hardness of 35 HRC.

1. 緒言

従来、高強度・高硬度の焼結部品を製造するためには、焼結後に浸炭焼入れ・焼もどしなどの熱処理が必要であった。シンターハードニングは、焼結後の熱処理を行うことなく、焼結冷却過程で部分的にあるいは完全にマルテンサイト変態させ、焼結体を硬化させるプロセスである。シンターハードニングプロセスの利点は、焼結後の浸炭焼入れや高周波焼入れなどの熱処理が省略できることにより、焼結部品の生産性向上と、熱処理コストの削減を同時に実現し、焼結部品の製造コストが低減できることである。さらに、熱処理時の膨張・収縮および相変態にともなうひずみがなくなるため、焼結部品の寸法精度が向上することも期待される¹⁻³⁾。

シンターハードニングプロセスを用いて製造される焼結

体には、硬度、機械的強度が熱処理材並に高いことが要求される。高硬度の焼結体を実現するためには、焼結後の冷却だけでマルテンサイト変態する優れた焼入れ性を発現する合金鋼粉が必要である。一方、高強度の焼結体を実現するためには、マルテンサイト変態を利用して硬くしただけでは十分ではなく、同時に、本質的な欠陥である気孔の量を減らしたり、その形状を微細化、球状化することが必要である。そのためには、合金鋼粉の圧縮性および焼結性を改善し、高密度化する、あるいは焼結ネックを強化することなどが効果的であると考えられる。

JFE スチールは、シンターハードニングプロセスに適した合金鋼粉組成および合金化方法を検討し、Fe-2 mass%Ni-1 mass%Mo 組成のプレアロイ鋼粉に、微細な Ni 粉、Cu 粉、黒鉛粉をバインダで付着させハイブリッド型の合金鋼粉「JIP 21SX」を開発した⁴⁾。

「JIP 21SX」は適度な圧縮性を保持し、かつ優れた焼結

Table 1 Chemical compositions of studied powders

Sample	Base powder			Elemental powder				Binder and lubricant	
	Fe	Ni	Mo	Ni	Cu	Mo	Gr		Bonding type
A	balance	2	1	2	1.5	–	0.6	Binder bonding	KWAX-B 0.8
B									KW-wax 0.6
C	balance	–	–	4	1.5	0.5		Diffusion bonding	KWAX-B 0.8

性、焼入れ性を発現する合金鋼粉である。また、バインダ付着成分の添加量を変えることにより、焼結部品の製造条件および要求特性に合わせることが可能である。

本稿では「JIP 21SX」の圧縮性、および「JIP 21SX」の焼結体特性に及ぼす成形および焼結条件の影響について述べる。

2. 実験方法

2.1 原料

供試粉には、Fe-2 mass%Ni-1 mass%Mo 組成のプレアロイ鋼粉、Ni 粉 (Type 123 : Inco Special Products 製)、電解 Cu 粉 (CE25 : 福田金属箔粉工業 (株) 製)、および天然黒鉛粉 (J-CPB : 日本黒鉛工業 (株) 製) を用いた。粉末の配合組成を **Table 1** に示す。サンプル A は、JIP 21SX の標準的な配合組成であり、サンプル B は、温間成形用プレミックス粉⁵⁾ である。サンプル C は、比較材として用いた部分合金化合物鋼粉 JIP シグマロイ 415S⁶⁾ で、各種焼結部品製造に広く用いられている。

2.2 試料作製方法

圧縮性評価用試験片は、**Table 1** に示した配合組成のサンプル A, B を、前者は室温で、後者は 130°C で、圧力 490 ~ 686 MPa にて成形し、作製した。

焼結体特性調査用試験片は、サンプル A, C を室温で、サンプル B を 130°C で、成形圧力 490 ~ 686 MPa にて成形した後、メッシュベルト焼結炉で、吸熱型プロパン変成ガス (RX) 中、1 130°C で 20 min、あるいはトレープッシャー焼結炉で、N₂10 vol% H₂ ガス中、1 250°C で 60 min 焼結した。冷却速度は、メッシュベルト焼結炉では約 30°C/min、トレープッシャー焼結炉では約 40°C/min であった。冷却速度は、冷却時の 800°C から 400°C までの値とした。これらの焼結体を 180°C、60 min、大気中で焼もどし処理した。

また、焼結後の冷却速度の影響を調べるための試験片は、サンプル A を、室温で成形圧力 686 MPa にて成形した後、N₂ ガス中、1 130°C で 20 min 焼結し、冷却速度を 4 ~ 130°C/min に変化させ、作製した。冷却速度は、冷却時の 800°C から 400°C までの値とした。これらの焼結体に 180°C、60 min、大気中で焼もどし処理した。

2.3 特性評価方法

圧縮性は、供試粉を外径 11 mmφ、高さ 11 mm の形状に成形した圧粉体の重量および体積から算出した密度で評価した。焼結密度は JIS Z 2501 にしたがって測定した。引張強さおよび伸びは、JIS Z 2550 に準拠した 2 号引張試験片を用いて測定した。硬さは、JIS Z 2245 にしたがって測定した焼結体表面のロックウェル硬さ (HRC) である。シャルピー衝撃値は、JIS Z 2550 に準拠したノッチなしの長さ 55 mm、幅 10 mm、高さ 10 mm の試験片を用いて測定した。回転曲げ疲労試験は、平行部径 8 mm、長さ 15.4 mm の平滑丸棒試験片を用い、小野式回転曲げ疲労試験機により回転数 3 000 rpm、応力比 $R = -1$ の条件で行った。回転曲げ疲れ強さは、繰返し数 10⁷ 回において破壊しない応力とした。組織観察は、焼結体断面を 3 mass% 硝酸アルコール溶液で腐食した後、光学顕微鏡を用いて行った。

3. 実験結果

3.1 圧縮性

JIP 21SX の圧縮性を **Fig. 1** に示す。JIP 21SX は、室温成形でも成形圧力 686 MPa で 7.0 Mg/m³ 以上の高い圧粉密度が得られ、高い圧縮性を示す。また、130°C の温間成形法を適用することにより、室温成形より約 0.1 Mg/m³ 高い圧粉密度が得られる。

3.2 焼結体特性

成形および焼結条件を変えた場合の焼結体特性 (引張強

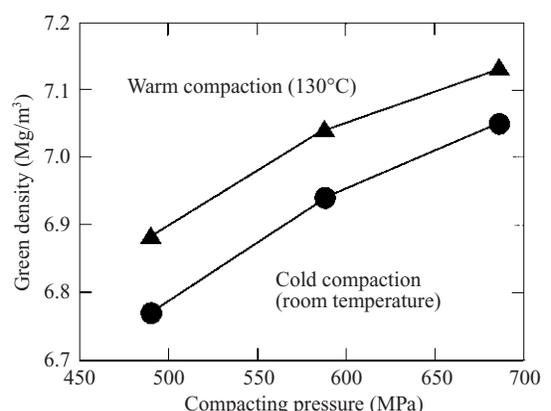


Fig.1 Compressibility of JIP 21SX

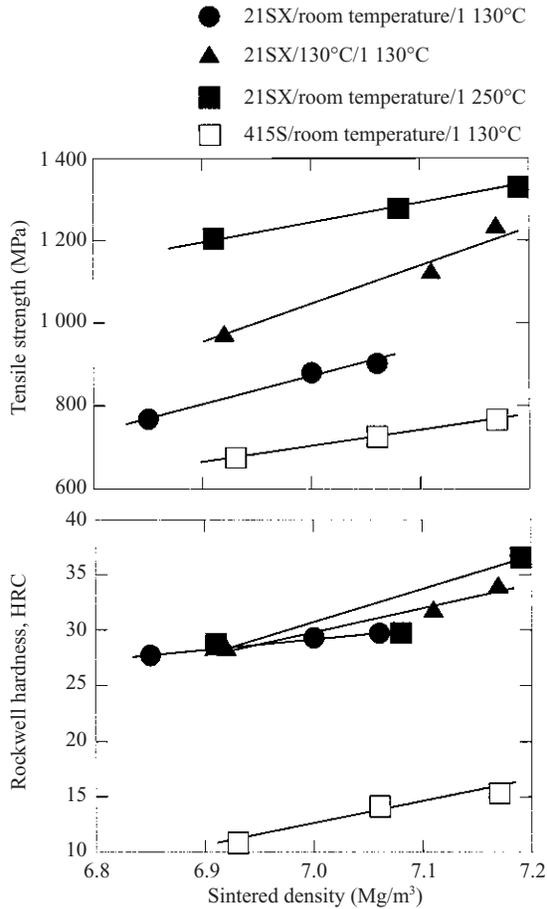


Fig. 2 Influences of sintered density and sintering temperature on mechanical properties of sintered compacts made of JIP 21SX

さ、硬さ)を Fig. 2 に示す。焼結部品を製造する際に一般的な室温成形 /1 130°C 焼結条件では、JIP 21SX は、引張強さ 900 MPa、硬さ 30 HRC で、いずれも比較材の JIP シグマロイ 415S(引張強さ 770 MPa、硬さ 15 HRC)より高い値である。また、温間成形により密度を高くすると、室温成形材に比べ、焼結体の密度の増加にともない、引張強さおよび硬さは高くなる。一方、1 250°C の高温で焼結した場合には、密度の低い室温成形材でも、引張強さ、硬さは、温間成形 /1 130°C 焼結材より高い値となる。

JIP 21SX の室温成形材と温間成形材を 1 130°C で焼結した焼結材の回転曲げ疲労特性を Fig. 3 に示す。比較として、JIP シグマロイ 415S の室温成形材の特性を併記する。JIP 21SX 室温成形材の回転曲げ疲れ強さは 242 MPa と、JIP シグマロイ 415S(215 MPa)の値より高い。また、密度を高くした温間成形材は、引張強さの場合と同様に、室温成形材より高い回転曲げ疲れ強さ(290 MPa)を示す。

焼結後の冷却速度を変えた場合の焼結体特性(引張強さ、伸び、シャルピー衝撃値、硬さ)を Fig. 4 に示す。引張強さおよび硬さは、冷却速度が大きくなるにしたがい高くなるが、80°C/min を超えると飽和する。一般に広く用いられているメッシュベルト炉の冷却速度 40°C/min 程度では、

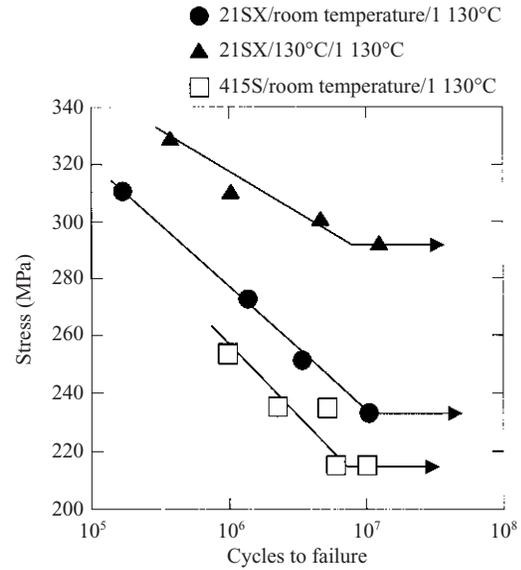


Fig. 3 S-N curves of rotating bending fatigue test of sintered compacts made of JIP 21SX

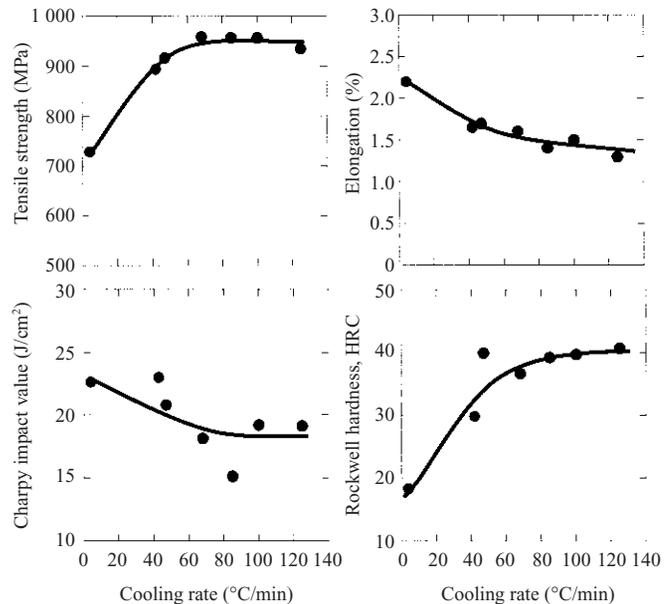


Fig. 4 Influences of cooling rate on mechanical properties of sintered compacts made of JIP 21SX

引張強さは 900 MPa、硬さは 30 HRC である。急冷装置付きの焼結炉を想定した冷却速度 100°C/min では、引張強さは 950 MPa、硬さは 40 HRC まで上昇する。一方、伸びおよびシャルピー衝撃値は、冷却速度が大きくなるにしたがい低くなる。

4. 考察

Fig. 4 に示したように、焼結後の冷却速度を変えると、焼結体特性が変化する。そこで、焼結体特性に及ぼす焼結後の冷却速度の影響を、焼結体組織の変化の観点から考察する。

冷却速度を変えた場合の JIP 21SX の焼結体組織を

Photo 1 に示す。4°C/min では、薄灰色の粗いベイナイト相が主要な相であり、その周囲にマルテンサイト相が認められる。42°C/min になると、ベイナイト相が微細化し、濃灰色を呈する一方、薄灰色のマルテンサイト相の比率が増加する。42°C/min を超えると、冷却速度が大きくなるにしたがい、マルテンサイト相が増加し、ベイナイト相が減少している。100°C/min 以上では、ベイナイト相は認められない。また、白色のオーステナイト相は、いずれの冷却速度でも同程度の比率で認められる。

非調質の焼結合金鋼の組織では、焼入れ性を改善する Ni, Cu などの元素の濃度および冷却速度に応じて異なる組織を呈することが知られている^{1,2)}。これらの報告から推察すると、Photo 1 におけるマルテンサイト相は、粉末で添加した Ni, Cu が焼結時にプレアロイ鋼粉に拡散して合金量が多くなり焼入れ性が高くなった領域に生成し、ベイナ

イト相は、粉末で添加した Ni, Cu が焼結時に十分拡散しきれない粗大なプレアロイ鋼粉粒子の中心部に生成するものと考えられる。一方、白色のオーステナイト相が生成している領域は、粉末で添加した Ni が特に濃化した部分と考えられる。

Photo 1 に示した焼結体組織中のマルテンサイト相の面積率を、画像解析により定量化した結果を Fig. 5 に示す。冷却速度が大きくなるにしたがいマルテンサイト相の比率が増加し、50°C/min で 70%、80°C/min で 90%、100°C/min で 95% 以上になる。100°C/min 以上では、気孔と白色のオーステナイト相以外は、ほとんど全域がマルテンサイト相となっている。JIP 21SX 焼結体の CCT 曲線を Fig. 6 に示す。ベイナイトが生成しなくなる臨界冷却速度は約 100°C/min であり、今回の結果と一致する。

マルテンサイト相の比率に対して焼結体特性(引張強さ、伸び、シャルピー衝撃値、硬さ)をプロットした結果を Fig. 7 に示す。引張強さおよび硬さはいずれも、マルテンサイト相の比率が増加すると高くなるが、70% を超えると飽和してくる。これは、冷却速度が大きくなるにしたがい、ベイナイト相の変態温度が低下し微細化するため、ベイナ

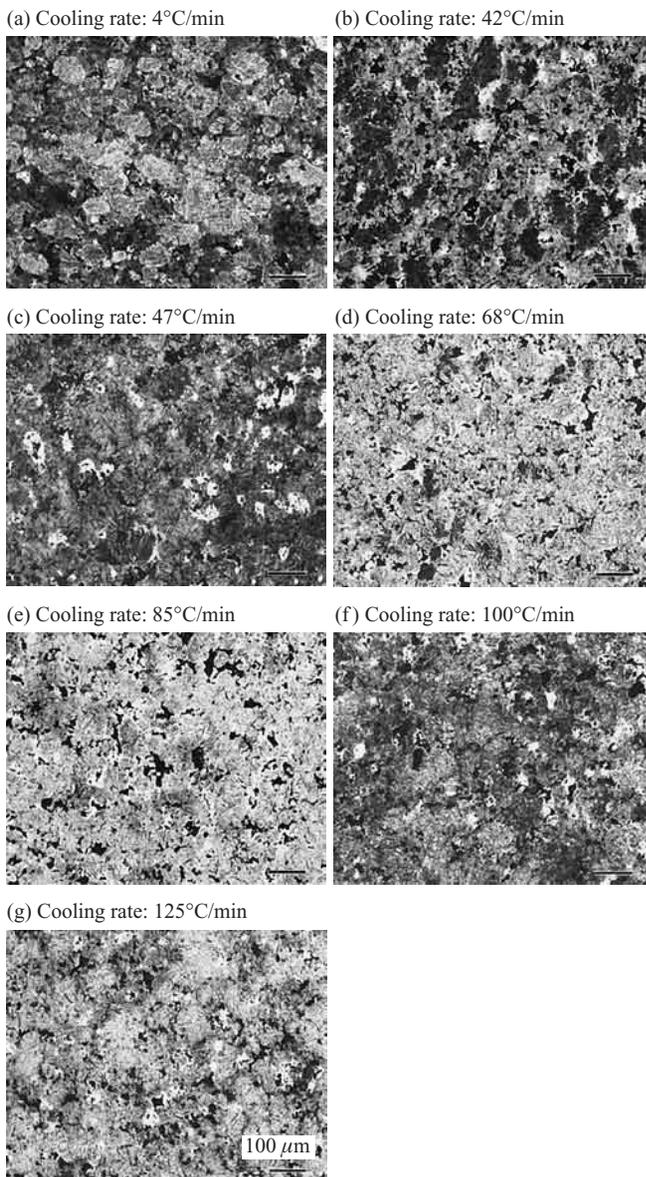


Photo 1 Different microstructures of sintered compacts of JIP 21SX depending on the cooling rate

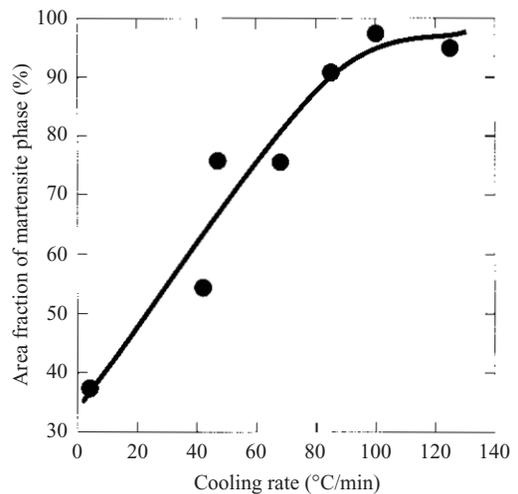


Fig. 5 Influences of cooling rate on area fraction of martensite phase in sintered compacts made of JIP 21SX

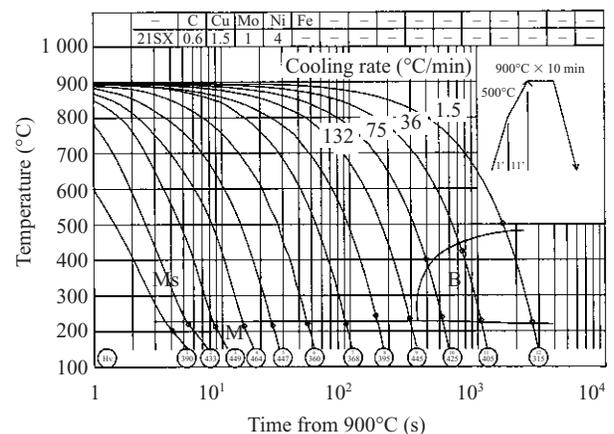


Fig. 6 CCT diagram of the sintered compacts made of JIP 21SX

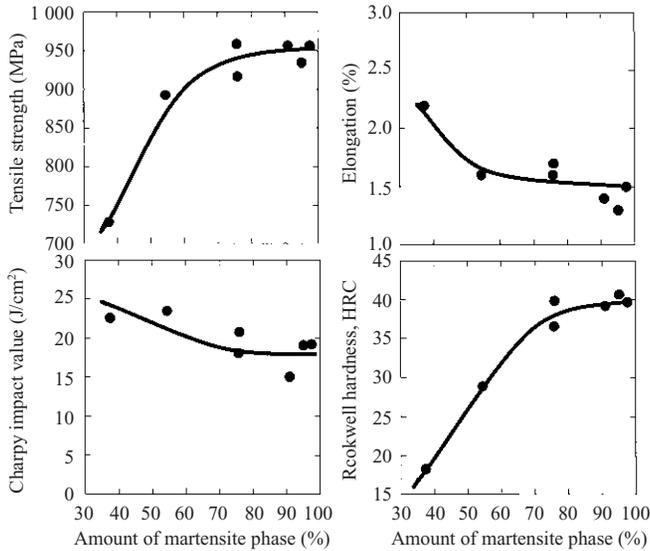


Fig.7 Influences of amount of martensite phase on mechanical properties of sintered compacts made of JIP 21SX

イト相とマルテンサイト相の硬さの差が小さくなることにより、ベイナイト相の比率が減少しても、硬さ、引張強さの上昇分が小さくなったものと考えられる。一方、伸びおよびシャルピー衝撃値は、マルテンサイト量が増加するにしたがい低下するが、マルテンサイト量が70%を超えるとほとんど低下しなくなる。したがって、マルテンサイト量を70%以上にすることにより優れた焼結体特性が実現でき、そのためには、焼結後の冷却速度を50°C/min以上にする必要があると考えられる。

5. 結言

Fe-2 mass% Ni-1 mass% Mo 組成のプレアロイ鋼粉に Ni 粉, Cu 粉, 黒鉛粉をバインダで付着させたシンターハードニング用の合金鋼粉「JIP 21SX」を開発した。「JIP 21SX」の特徴を以下に示す。

- (1) JIP 21SX は、成形圧力 686 MPa において、室温成形で 7.0 Mg/m³ 以上、130°C の温間成形で、7.1 Mg/m³ 以上の高い圧粉密度を示す。
- (2) JIP 21SX は、室温成形 / 1 130°C 焼結条件では、引張強さ 900 MPa、硬さ 30 HRC、回転曲げ疲れ強さ 242 MPa で、従来、各種焼結部品製造に広く用いられている JIP シグマロイ 415S (引張強さ 770 MPa、硬さ 15 HRC、回転曲げ疲れ強さ 215 MPa) より高い値を示す。

- (3) JIP 21SX は、温間成形により密度を高くすると、室温成形材に比べ、引張強さ、硬さおよび回転曲げ疲れ強さは高くなり、引張強さ 1 200 MPa、硬さ 34 HRC、回転曲げ疲れ強さ 290 MPa を示す。
- (4) JIP 21SX は、1 250°C の高温で焼結した場合には、室温成形品でも、温間成形 / 1 130°C 焼結材より引張強さ、硬さは高い値となり、引張強さ 1 300 MPa、硬さ 36 HRC を示す。
- (5) JIP 21SX の焼結体機械的特性および組織は、焼結後の冷却速度に強く依存し、焼結後の冷却速度が大きくなるにしたがい、焼結体組織に占めるマルテンサイト相の比率が増加し、引張強さ、硬さは高くなり、伸び、シャルピー衝撃値は低下する。
- (6) JIP 21SX では、マルテンサイト量を 70% 以上にすることにより優れた焼結体特性 (引張強さ 950 MPa、硬さ 35 HRC) が実現でき、そのためには、焼結後の冷却速度を 50°C/min 以上にする必要がある。

参考文献

- 1) Causton, R. J. et al. "Sinter hardening low-alloy steels." Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, San Francisco, 1992, MPIF, p. 17-51.
- 2) Rutz, H. G. et al. "Sinter-hardening P/M steels." Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, 1997, MPIF, part 8, p. 3-20.
- 3) Chagnon, F. et al. "Dimensional control of sinter hardened P/M components." Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, 2001, MPIF, part 5, p. 31-42.
- 4) Unami, S. et al. Metals and Materials International. vol. 10, no. 3, 2004, p. 289-293.
- 5) 尾崎由紀子ほか. 温間成形用部分合金化鋼粉クリーンミックス「KIP クリーンミックス HW シリーズ」. 川崎製鉄技報. vol. 33, no. 4, 2001, p. 170-174.
- 6) 小倉邦明ほか. 高圧縮性複合金鋼粉 KIP シグマロイの特性. 川崎製鉄技報. vol. 19, no. 3, 1987, p. 202-207.



宇波 繁



上ノ 蘭 聡



杉原 裕