被削性に優れた Ni フリー合金鋼粉「FM シリーズ」

Ni-Free Alloyed Steel Powder 'FM Series" for High Strength Sintered Compacts with Excellent Machinability

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(課長)

尾﨑由紀子 OZAKI Yukiko JFE スチール スチール研究所 鉄粉・磁性材料研究部長・理博

尾野 友重 ONO Tomoshige 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(課長)

要旨

Ni を添加せずに高強度が得られ、優れた被削性を示す合金鋼粉「FM シリーズ」を開発した。「FM シリーズ」は、0.45mass% Mo プレアロイ鋼粉に Cu 粉,黒鉛粉および高密度成形用潤滑剤を混合し偏析防止処理を施した合金鋼粉である。「FM シリーズ」を用いた焼結体は、ベルト炉で焼結した状態のままで 600 MPa,ベルト炉で焼結後、浸炭熱処理した状態で $1\,000$ MPa 以上と、従来の 4mass% Ni 系拡散合金鋼粉焼結体と同等の引張強さを示す。また,「FM シリーズ」を用いた焼結体は、従来の 4mass% Ni 系拡散合金鋼粉焼結体の $5\,$ 分の $1\,$ 以下の工具磨耗で切削加工が可能である。「FM シリーズ」の高強度および優れた被削性は、Mo プレアロイ鋼粉に特有の焼結体組織の均質化に起因する。

Abstract:

Ni-free alloyed steel powder "FM Series" for high strength sintered compacts with excellent machinability has been developed. FM Series are pre-mixed powder based on a low Mo prealloyed (0.45 mass%) steel powder added with copper, graphite and lubricant for high density compaction. The sintered compacts of FM series provide tensile strength of 600 MPa with mesh-belt sintered condition and tensile strength of 1 000 MPa with mesh-belt sintered and carburized condition, which are equivalent to those of the conventional 4 mass% Ni diffusion-alloyed steel powder. The sintered compacts of FM series provide less than one fifth the tool wear of that of the conventional 4 mass% Ni diffusion-alloyed steel powder. The high strength and excellent machinability are produced by microstructure homogenization of the sintered compacts due to the low Mo prealloyed steel powder.

1. はじめに

引張強さ600~1000 MPa級の鉄系焼結部品には,従来,4mass% Ni 系拡散合金鋼粉¹⁾を一般的なメッシュベルト炉で焼結した材料が広く用いられている。この合金鋼粉は,微細な非鉄金属(Ni, Cu, Mo)を純鉄粉粒子表面に拡散付着させた構造をしており,純鉄粉をベース粉に使用しているため圧縮性が高い,焼結後に合金成分の不十分な拡散に起因した不均一な組織が生成するなどの特徴がある。この材料の問題点としては,

- (1) 多量の合金を添加しているにもかかわらず、低強度の 組織が存在するため、引張強さは $600\sim1\,000\,\mathrm{MPa}$ に 留まる、
- (2) 高強度と低強度の組織が混在し、硬度差が大きいため、 被削性が悪く、部品コストの2~3割を占めるといわ

れている加工費が増加する,

などが挙げられ、同等の特性を有し、かつ、被削性に優れ た合金鋼粉の開発が要望されていた。

JFE スチールでは、上記の問題点を解決すべく、Ni を添加せずに従来の 4mass% Ni 系拡散合金鋼粉と同等の強度を示す低合金鋼粉を検討し、以下に示す考え方に基づく低合金鋼粉ベースの偏析防止処理粉「FM シリーズ」を開発した。FM シリーズの化学組成および推奨される焼結体製造工程を 4mass% Ni 系拡散合金鋼粉(シグマロイ[®]415S)と比較して**表 1**に示す。「FM シリーズ」には、ベルト炉で焼結した状態のままで引張強さ 600 MPa を示す「FM600」、ベルト炉で焼結した後、浸炭熱処理により引張強さ 1 000 MPa を示す「FM1000」がある。

FM シリーズの開発の考え方を以下に示す。

(1) ベース粉には、酸素との親和力が低く、通常の焼結温度でも容易に還元可能であること、焼入れ性倍数が大きいという利点のある Mo プレアロイ鋼粉を選択した。

Table 1 Chemical compositions of FM Series and the 4Ni alloyed steel powder mixture and recommended process									
Code	Chemical composition (mass%)								
	Iron powder				Due mined meruden		Lubricant		Dagger and ad an agg
	Prealloy	Diffusion alloy			Pre-mixed powder		Lubricant		Recommended process
	Mo	Ni	Cu	Мо	Cu	Gr	HDX	ZnSt	
FM600	0.45				2	0.8	0.5		As-sintering
FM1000	0.45				1	0.5	0.5		Sintering +Heat-treatment
SIGMALOY® 415S-0.5C		4	1.5	0.5		0.6		0.8	As-sintering
CICMALOW® 415C 0 2C		4	1.5	0.5		0.2		0.0	Sintering

0.5

1.5

表 1 FMシリーズおよび 4Ni系合金鋼粉の化学組成および推奨される焼結体製造工程

Mo プレアロイ鋼粉は Mo 濃度が均一であるため、合金元素未拡散による軟質組織がなく、マトリクスの強度向上および被削性の向上に寄与する。

- (2) 焼結ネック部の強化のため、比較的低温の焼結温度での短い焼結時間でも液相を生成して焼結体中に速やかに拡散する Cu 粉末を添加し、少ない合金量でも高強度化が実現できるようにした。
- (3) Moのプレアロイ化により、ベース粉粒子の塑性変形能が純鉄粉より低下するため、既開発の高密度成形用潤滑剤 HDX²⁾ を用いることにより、成形密度の低下を抑制した。

本報告では、Ni フリー合金鋼粉 FM シリーズで製造した 焼結体の機械的特性について報告する。

2. ベルト炉焼結まま材用合金鋼粉 FM600の特性

2.1 試料および実験方法

2.1.1 原料粉

SIGMALOY® 415S-0.3C

JIP[®]4MOA(Fe-0.45mass % Mo プレアロイ鋼粉)に,アトマイズ Cu 粉(平均粒径 $35\,\mu$ m)2.0%,天然黒鉛粉(平均粒径 $4\,\mu$ m)0.8%,高密度成形用潤滑剤 HDX^2 0.5%を添加し,偏析防止処理を行った粉末(以下,FM600)を用いた。JIP シ グ マ ロ イ $^{®}415S^{1)}$ (Fe-4mass % Ni-1.5mass % Cu-0.5mass % Mo 拡散合金鋼粉)に天然黒鉛粉 0.6%,ステアリン酸亜鉛粉 0.8%を混合した粉末(以下,4Ni 系合金鋼粉)を比較材とした。

2.1.2 試験片作製条件

これらの供試粉を成形圧力 $490 \sim 690$ MPa で,外径 38 mm,内径 25 mm,厚さ 10 mm のリング状試験片,JIS Z 2550 に準拠した平板引張試験片および長さ 55 mm,幅 10 mm,高さ 10 mm の衝撃試験片に成形した後,メッシュベルト炉で,吸熱型プロパン変成ガス中,1 130 ℃,10 min の条件で焼結した。

また, これらの供試粉を成形圧力 590 MPa で, 長さ85 mm, 幅 15 mm, 高さ 15 mm に成形した後, 1 130 ℃,

10 min, 吸熱型プロパン変成ガスで焼結した。焼結後,機械加工により,平行部径8 mm,長さ15.4 mmの平滑丸棒疲労試験片を作製した。

0.8

+Heat-treatment

また,切削試験用に,成形圧力 590 MPa で,外径 60 mm,内径 20 mm,厚さ 25 mm のリング状試験片に成形した後,1130℃,20 min,吸熱型プロパン変成ガスで焼結した。

2.1.3 評価方法

0.3

圧粉体および焼結体の密度は アルキメデス法にて測定した。引張試験は、平板試験片により評価した。シャルピー衝撃値は、ノッチなしの長さ55 mm、幅10 mm、高さ10 mm のシャルピー衝撃試験片を用いて室温で測定した。ロックウェル硬度をBスケールで測定した。回転曲げ疲労試験は、平滑丸棒試験片を、小野式回転曲げ疲労試験機により回転数3000 min⁻¹、応力比 R=-1 の条件で実施した。耐久限度は繰り返し数 10^7 回における応力として求めた。組織観察は、焼結体の切断研磨面を3%硝酸アルコール溶液で(硝酸3 ml に対しエタノール100 ml を混合したもの)腐食した後、光学顕微鏡を用いて行った。

切削試験は、前述のリング状試験片を3個重ねた長さ75 mmの円筒の外周を、サーメット工具(住友電エハードメタル(株)製、材質:T1200A、型番:SNMN120408)により切削速度200 m/min、切込み量0.5 mm、送り0.1 mm/revの条件で、乾式で切削した。切削距離ごとに工具の横逃げ面の磨耗幅を観察した。

2.2 実験結果

FM600 および 4Ni 系合金鋼粉で作製した焼結体の機械的特性を**図1**に示す。引張強さ、硬さについては、FM600 および 4Ni 系合金鋼粉でほぼ同等であり、密度 7.1 Mg/m³ で600 MPa が得られた。衝撃値については、FM600 のほうが4Ni 系合金鋼粉より低い。

FM600 および 4Ni 系合金鋼粉で作製した焼結体の回転曲 げ疲れ強さを**図2** に示す。FM600 のほうが 4Ni 系合金鋼粉 より高く,195 MPa の回転曲げ疲れ強さが得られる。

FM600 および 4Ni 系合金鋼粉で作製した焼結体の断面組織を写真1に示す。4Ni 系合金鋼粉で作製した焼結体は、

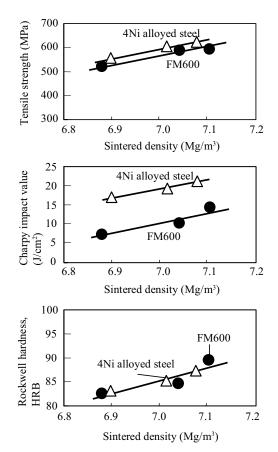


図 1 FM600および 4Ni系合金鋼粉で作製した焼結体の機械 的特性

Fig. 1 Mechanical properties of the sintered compacts made of FM600 and the 4Ni alloyed steel powder mixture

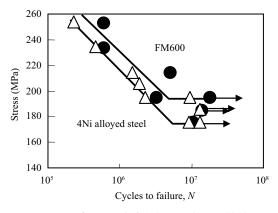


図 2 FM600および 4Ni系合金鋼粉で作製した焼結体の回転 曲げ疲れ強さ

Fig. 2 Results of rotating bending fatigue tests of the sintered compacts made of FM600 and the 4Ni alloyed steel powder mixture

純鉄粉の表面に拡散付着している合金成分(Ni, Cu, Mo)の焼結時の拡散が不十分なため、合金濃度に応じて、低合金量のフェライト/パーライト組織、高合金量のマルテンサイト組織、Ni が濃化したオーステナイト組織からなり、低強度と高強度の組織が混在する組織となっている。一方、FM600で作製した焼結体は、黒く見える微細パーライト組

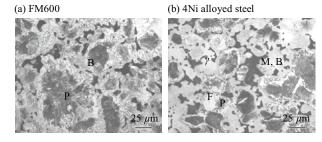


写真 1 FM600および 4Ni系合金鋼粉で作製した焼結体組織

Photo 1 Microstructures of the sintered compacts made of FM600 (a) and the 4Ni alloyed steel powder mixture (b)

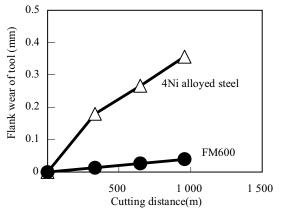


図3 FM600および4Ni系合金鋼粉で作製した焼結体の被削性

Fig. 3 Machinability of the sintered compacts made of FM600 and the 4Ni alloyed steel powder mixture

織の周囲を、白く見えるベイナイト組織が取り囲んだ組織となっている。

FM600 および 4Ni 系合金鋼粉で作製した焼結体の被削性を図3 に示す。FM600 焼結体の旋削時の工具摩耗は、4Ni 系焼結合金に比べ5分の1以下となっており、非常に優れた被削性を示す。

2.3 考察

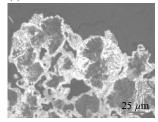
FM600 と 4Ni 系合金鋼粉の焼結体組織の違いが焼結体特性に及ぼす影響について考察する。

図1に示した FM600 焼結体の低い衝撃値は、Ni 系焼結合金には焼結時の Ni の拡散が十分ではないため残留している軟らかい Ni の濃化部が焼結体中に生成しないためと考えられる。

FM600 および 4Ni 系合金鋼粉で作製した焼結体の疲労破面断面を**写真 2**に示す。4Ni 系合金鋼粉で作製した焼結体では,疲労き裂は,各種組織の境界およびフェライト/パーライト組織を進展している。焼結ネック部に合金成分が濃化し,マルテンサイトが生成しているため,疲労き裂は,高強度の焼結ネック部を避け,低強度の純鉄粉粒子内部のフェライト/パーライト組織を通っているものと考えられる。

一方, FM600で作製した焼結体では, 疲労き裂は, ほと

(a) FM600



(b) 4Ni alloyed steel

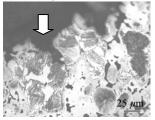


写真 2 FM600および 4Ni系合金鋼粉で作製した焼結体の疲労破面の断面組織

Photo 2 Fatigue crack propagation path observed at the crosssection of fatigue fracture surfaces of the sintered compacts made of FM600 (a) and the 4Ni alloyed steel powder mixture (b)

んど応力集中部である焼結ネック部を進展し、微細パーライト組織は進展していない。

FM600 焼結体では、Moプレアロイ粉を用いたことにより、微細パーライト組織になり、低強度のフェライト/パーライト組織が生じていない。また、Cuの添加による焼結促進と固溶強化により、疲労き裂が伝播する焼結ネック部も強化されているため、FM600 焼結体では高疲労強度が得られたと考えられる。

図3に示した FM600 焼結体の優れた被削性は、写真1に示したように、FM600 の焼結体は、4Ni 系合金鋼粉焼結体に存在する高硬度のマルテンサイト組織および軟質のオーステナイト組織がなく、硬度差の少ない均質な組織であるため、切削時の断続衝撃が低減し、工具摩耗が低減したものと考えられる。

3. ベルト炉焼結 - 熱処理材用合金鋼粉 FM1000 の特性

3.1 試料および実験方法

3.1.1 原料粉

JIP[®]4MOA に、アトマイズ Cu 粉 (平均粒径 $35 \mu m$) 1.0%, 天然黒鉛粉 (平均粒径 $4 \mu m$) 0.8%, 高密度成形用潤滑剤 HDX0.5%を添加し、偏析防止処理を行った粉末 (以下, FM1000) を用いた。JIP シグマロイ [®]415S に天然黒鉛粉 0.3%, ステアリン酸亜鉛粉 0.8% を混合した粉末 (以下, 4Ni 系合金鋼粉) を比較材とした。

3.1.2 試験片作製条件

これらの供試粉を成形圧力 590 MPa で,長さ 55 mm,幅 10 mm,高さ 10 mm の試験片に成形した後,メッシュベルト炉で,吸熱型プロパン変成ガス中, 1 130° で 20 min の条件で焼結した。その後,浸炭熱処理(浸炭: 900° C,60 min,カーボンポテンシャル 0.8%,焼入れ: 60° C油中,焼もどし: 180° C,60 min)を行った。

また, 切削試験用に, 成形圧力 590 MPa で, 外径 60 mm, 内径 20 mm, 厚さ 25 mm のリング状試験片に成形

した後,メッシュベルト炉で,吸熱型プロパン変成ガス中,1130℃で20 min の条件で焼結した。

3.1.3 評価方法

引張試験は、平行部径 5 mm、長さ 15 mm の小型丸棒試験片を焼結後に機械加工により作製し、浸炭熱処理後に JIS Z 2241 に基づき評価した。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。ロックウェル硬度、ビッカース硬度を、JIS Z 2245、Z 2244 に従い測定した。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焼結後に機械加工により作製し、浸炭熱処理後に小野式回転曲げ疲労試験機により回転数 3 000 min⁻¹、応力比 R=-1 の条件で実施した。耐久限度は繰り返し数 10⁷回において破壊しない応力として求めた。組織観察は、焼結浸炭熱処理材の切断研磨面を 3%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。

切削試験は、P種の超硬工具(住友電工ハードメタル(株) 製、材質:ST10P、型番:SNMN120408)によりリング状試 験片の外周を切削速度 200 m/min、切込み量 0.5 mm、送り 0.1 mm/rev の条件で、乾式で切削した。切削時は、切削距 離ごとに工具の横逃げ面の磨耗幅を観察した。

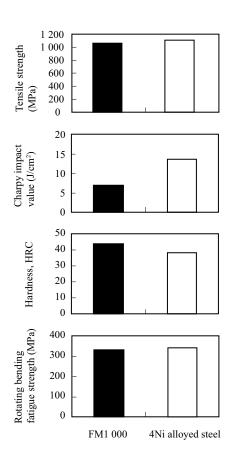


図4 FM1000および 4Ni系合金鋼粉で作製した焼結体の機械 的特性

Fig. 4 Mechanical properties of the sintered and case-hardened compacts made of FM1000 and the 4Ni alloyed steel powder mixture

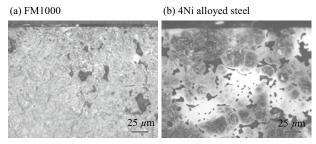


写真 3 FM1000および 4Ni系合金鋼粉で作製した焼結浸炭熱 処理材の組織

Photo 3 Microstructures of the sintered and case-hardened compacts made of FM1000 (a) and the 4Ni alloyed steel powder mixture (b)

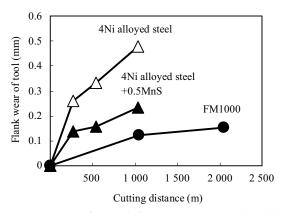


図 5 FM1000および 4Ni系合金鋼粉で作製した焼結体被削性 Fig. 5 Machinability of the sintered compacts made of FM1000 and the 4Ni alloyed steel powder mixture

3.2 実験結果

FM1000 および 4Ni 系合金鋼粉で作製した焼結浸炭熱処理材の機械的特性を**図4**に示す。FM1000 で作製した焼結浸炭熱処理材では、引張強さ、回転曲げ疲れ強さについては、4Ni 系合金鋼粉と同等の値が得られる。ただし、衝撃値が低く、硬さが高い。

FM1000 および 4Ni 系合金鋼粉で作製した焼結浸炭熱処理材の表面部の断面組織を**写真 3** に示す。FM1000 の焼結浸炭熱処理材は均一な焼もどしマルテンサイト組織を示す。一方,4Ni 系焼結合金は,Ni の濃化部 ¹⁾ である白色の組織が認められる。

FM1000 および 4Ni 系合金鋼粉で作製した焼結体の被削性を**図5** に示す。FM1000 焼結体の旋削時の工具摩耗は,4Ni 系合金鋼粉焼結体に比べ5分の1以下となっている。また,被削性改善材の MnS を添加した 4Ni 系合金鋼粉焼結体よりも工具磨耗が少なく,非常に優れた被削性を示す。

3.3 老察

低 Mo プレアロイ鋼粉を用いた焼結浸炭熱処理材の引張強さと疲れ強さに及ぼす Cu の影響について考察する。

低 Mo プレアロイ鋼粉を用いた焼結浸炭熱処理材の機械 的特性に及ぼす Cu 添加量の影響を**図 6** に示す。引張強さ

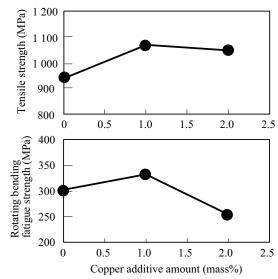


図 6 低 Moプレアロイ鋼粉を用いた焼結浸炭熱処理材の機械 的特性に及ぼす Cu添加量の影響

Fig. 6 Effects of copper addition on mechanical properties of the sintered and case-hardened compacts made of the low molybdenum prealloyed steel powder

については、1%の Cu 添加により、Cu 無添加材より 100 MPa 程度高くなり、1070 MPa が得られた。2%の Cu 添加では、1% Cu 添加材とほぼ同等の値である。

回転曲げ疲れ強さは, 1% Cu 添加により Cu 無添加材より高くなり, 330 MPa の回転曲げ疲れ強さが得られる。ただし, 2% Cu 添加では, 1% Cu 添加よりも低下する。

Cu は、焼結時に液相を生成することにより、焼結を促進する効果があり、粒子の結合を強化する機能がある。その他、焼結浸炭熱処理材の特性に影響を及ぼす要因としては、浸炭深さ、気孔分布、残留オーステナイト量、疲労き裂進展挙動が挙げられる。

低 Mo プレアロイ鋼粉を用いた焼結浸炭熱処理材の表面層の硬さ分布を**図7**に示す。硬さ分布については Cu 添加量が変わっても大きな差は認められなかった。今回の浸炭熱処理条件では、浸炭挙動および焼入れ性に対しては、Cu は大きな影響は及ぼしていないと考えられる。

また、残留オーステナイト量については、Cu が増えるに 従い、残留オーステナイト量はわずかに増加する傾向にあっ たが、急激に疲れ強さを低下させる原因になるとは考えにく い。

焼結浸炭熱処理材の気孔径分布を、切断研磨面の写真の画像解析(範囲 0.96 mm²)により測定し、最大気孔径を求め、Cu 添加量で整理した結果を図8に示す。Cu 量が増えるに従い、最大気孔径が増加することが分かる。この粗大な気孔は Cu 液相の流出により生成した気孔と考えられる。粗大な気孔は、応力集中の原因となるため、疲労き裂発生の起点となる。また、焼入れ材では、焼結した状態のままの材料に比べ、硬さが高いので応力集中に対して敏感になっていると考えられ、粗大な気孔への応力集中が高まると考

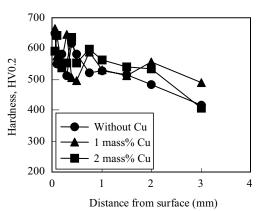


図 7 低 Moプレアロイ鋼粉を用いた焼結浸炭熱処理材の表面 層の硬さ分布

Fig. 7 Microhardness profiles in the surface layer of the sintered and case-hardened compacts made of the low molybdenum prealloyed steel powder with copper addition

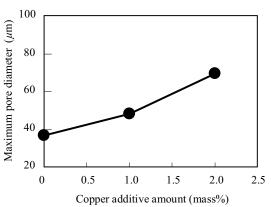


図8 低 Moプレアロイ鋼粉で作製した焼結浸炭熱処理材の最大気孔径

Fig. 8 Maximum pore size of the sintered and case-hardened compacts made of the low molybdenum prealloyed steel powder with copper addition

えられる。これらの影響のため、粗大な気孔は引張強さより 疲れ強さに対して強い影響を及ぼすと考えられる。

また、低 Mo プレアロイ鋼粉を用いた焼結焼入れ材では、2%の Cu の添加により、き裂進展速度が 12%大きくなるという報告 ³⁾ もある。Cu 添加量が 2%に増加したときに、引張強さは低下せず、疲れ強さが低下した要因について、き裂進展速度の影響は小さくないと考えられる。

以上の結果から、1%の Cu 添加では、Cu 液相生成による 焼結促進効果が Cu 液相の流出孔に起因する最大気孔径の 増加に優り、疲労強度は向上するが、2%の Cu 添加では、 最大気孔径の増加に加え、Cu 添加によるき裂進展速度の増 加も疲労強度を低下させる原因として影響している可能性 が高いと考えられる。

4. おわりに

0.45% Mo プレアロイ鋼粉に Cu 粉, 黒鉛粉および高密度 成形用潤滑剤を混合し偏析防止処理を施した合金鋼粉「FM シリーズ」の焼結体特性を調べた。得られた主な結果を以下に記す。

- (1) Fe-0.45% Mo プレアロイ鋼粉に 2%の Cu 粉, 0.8%の黒 鉛粉および 0.5%の高密度成形用潤滑剤を混合し偏析防止処理を施した合金鋼粉(FM600)を用いた焼結体の引張強さ(600 MPa)および回転曲げ疲れ強さ(195 MPa)は、4Ni 系合金鋼粉焼結体とほぼ同等の値が得られた。
- (2) Fe-0.45% Mo プレアロイ鋼粉に 1%の Cu 粉, 0.5%の黒 鉛粉および 0.5%の高密度成形用潤滑剤を混合し偏析防 止処理を施した合金鋼粉 (FM1000)を用いた焼結浸炭 熱処理材の引張強さ (1070 MPa) および回転曲げ疲れ 強さ (330 MPa) は,4Ni 系合金鋼粉焼結体とほぼ同等の値が得られた。
- (3) FM600, FM1000 いずれの焼結体も, 旋削時の工具摩耗は, 4Ni 系合金鋼粉焼結体に比べ5分の1以下となっており, 非常に優れた被削性を示す。

FM シリーズは、従来の焼結方法、条件にて焼結可能で、雰囲気などの制約はなく、被削性に優れているため、焼結部品の加工費の大幅なコストダウンが可能になり、自動車のエンジン・駆動系部品への適用が期待されている。

会多文献

- 小倉邦明,阿部輝宣,槇石幸雄,高城重彰,峰岸俊幸,初谷栄治.川崎製鉄技報. 1987, vol. 19, no. 3, p. 202.
- 2) 尾﨑由紀子, 尾野友重, 宇波繁. JFE 技報. 2005, no. 7, p. 1.
- Saritas, Suleyman; Causton, Robert; James, W. Brien; Lawley, Alan. Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials. 2002, part 5, p. 136.







尾﨑由紀子



尾野 友重