



ミニ特集・6

低環境負荷社会へのプロセス革新

ヘテロ組織インプロセス制御による高機能動力伝達部品のネット成形

Net Shaping of High Performance Power Transmission Components by MIM In-process Heterogeneous Microstructural Control

三浦秀士

Hideshi Miura

松田光弘

Mitsuhiro Matsuda

熊本大学 工学部

知能生産システム工学科 教授

同上 助手

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、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。例えば、新しい金属加工法の1つである金属粉末射出成形(MIM)法によれば、従来の粉末冶金法(プレス成形)に比べて高密度で高性能な焼結材料を得ることができる¹⁾。そこで本研究では、添加合金元素粉末の1つであるNiの偏析により出現する高硬度なマルテンサイト相を網目状に焼もどしマルテンサイト相が取り囲んだユニークな組織形態^{2,3)}により省成分で超強靱な高機能性を実現できるヘテロ組織制御を、柔軟な形状制御も可能であるMIM法と結合して、部材の複雑形状のまま高機能組織を付与できるプロセス技術を開発する。その典型例として、自動車部品など効率的な動力伝達に求められる高強度高靱性部材を対象に、複雑形状のネットシェイプ化と局所合金化部材におけるヘテロ組織の最適化条件ならびに製造プロセス因子を明らかにする。そして最終的には、使用目的当たりの物質・材料効率を飛躍的に改善できるような環境負荷低減につながるプロセスとして確立させたい。

2 実験方法

原料粉末には、カーボニルFe粉にNi、Mo、Fe-Mnなど

の各種元素粉をFe-(0、2、4、6、8)Ni-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2種類のカーボニルNi粉末(Type123、Type4SP)を用いた。各種元素粉末の諸特性をTable1に示す。バインダにはパラフィンワックス(69mass%)、ポリプロピレン(20mass%)、カルナウバワックス(10mass%)およびステアリン酸(1mass%)で構成される多成分ワックス系バインダを使用し、粉末とバインダを体積比で60:40となるように配合し、418Kで1.8ks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、まず溶媒抽出により主にワックス成分を除去したのち、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1173Kで1.8ks溶体化処理後、油焼入れし、同雰囲気中473Kで3.6ks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

本鋼種のような機械構造用鋼の場合、用途に応じて熱処理を施すことが多い。そこで各種Ni添加材に473Kで焼もどし

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 (μm)	5	5	10~20 (Classified)	4	30
Particle shape	Spherical	Spiky	Spherical	Polygonal	Angular

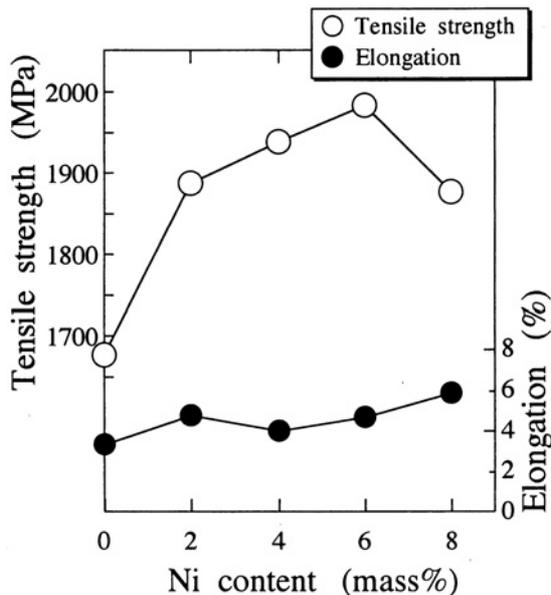


Fig.1 Effect of Ni content on the tensile properties of MIM Fe-Ni-0.5Mo-0.4C steels tempered at 473K.

を施し引張試験等に供した。Fig.1に引張強度ならびに伸びの結果を示す。これより、伸びを損なうことなく引張強度はNi添加量の増加とともに飛躍的に上昇していることがわかる。とくに6mass% Ni添加材においては、引張強度が約2,000MPaで伸びは約5%を示すなど、超強靱な特性を示しており、注目に値する。しかしながら、8mass% Ni添加材では伸びの劣化は見られないものの、引張強度がかなり低下した。すべての試料において相対密度は約95%であり、各試料間における相違は見られなかったことから、組織学的観点から調査、検討した。473K焼もどし材の組織をFig.2に示す。基地組織は焼もどしマルテンサイトであり、いずれの試料もところどころに丸味を帯びた白色部が点在する微細な不均質組織を呈している。これまでの研究²⁻⁴⁾により、白色部はNiの偏析(針状Ni粉末の凝集体)による高硬度なマルテンサイトであると推察され、本試料においてもEPMAによりNiに富んだ領域(Niリッチ相)であることが確認された。しかしながら、Niを添加しない試料においても若干ではあるが白色の組織(矢印で示す)が観察され、EPMAによる元素分析を行ったところ、MoならびにMnが偏析していた。いずれにしても、Ni添加量の増加に伴い白色部の割合が増加していることから、次にこれら組織の定量化を試みた。その結果をFig.3に示すが、Ni添加量の増加に伴いNiリッチ相の割合が増加していることがわかる。つまり、Ni添加量が増すと高硬度なマルテンサイト相の割合が増加するとともに、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おり、このことが引張特性の向上に寄与したといえる。

ところで、各種Ni添加材におけるNiリッチ相の硬度を測定したところ、約610Hvと基地よりも高い硬度を示すもの

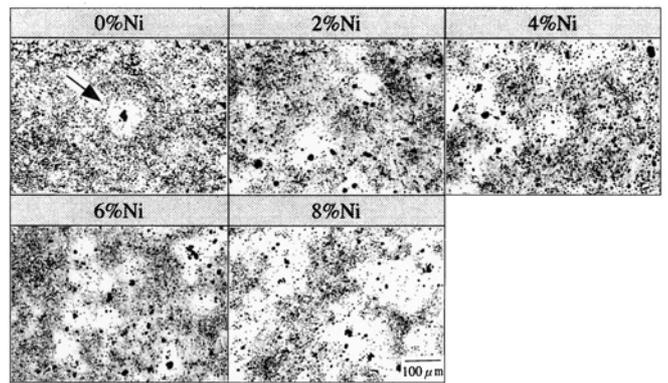


Fig.2 Microstructures of MIM Fe-Ni-0.5Mo-0.4C steels tempered at 473K.

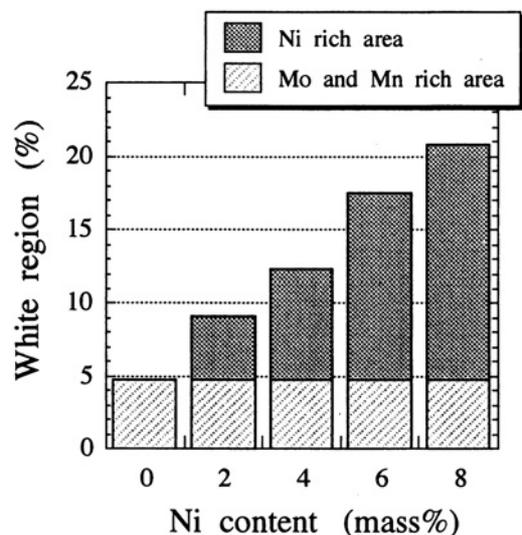


Fig.3 Fraction of the white region of MIM Fe-Ni-0.5Mo-0.4C steels tempered at 473K.

もあれば、390Hv程度の低い硬度を示すものも存在した。そこで、X線回折による相の同定を行ったところ、微量ではあるがオーステナイトのピークが確認されたので、オーステナイトの定量化を試みた。結果をFig.4に示す。これより、Ni添加量の増加に伴いオーステナイト量も増加していることが確認できる。またFig.5に、各種Ni添加材におけるNiリッチ相の中心からのEPMA分析によるNi濃度のプロフィールを示す。いずれの試料においても添加量から約1~2mass%低い濃度のNiが基地には拡散しており、Niリッチ相の大まかな領域としては80μm程度であった。またNi添加量の増加に伴い、Niリッチ相内のNi濃度も徐々に増加する傾向にあった。

以上のことから、白色部の高Ni濃度のものではMs点が低下して常温でも軟らかい残留オーステナイトとなっており、それらが増加した8mass% Ni添加材で引張強度が低下したと推察される。そこで、さらなる高性能化を図るために、メゾヘテロ組織を構成する白色部組織において強度低下の原因と考えられる残留オーステナイトを出現させず、高硬度な

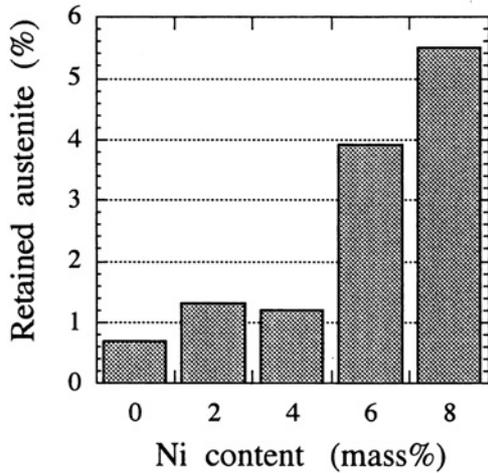


Fig.4 Fraction of the retained austenite of MIM Fe-Ni-0.5Mo-0.4C steels tempered at 473K.

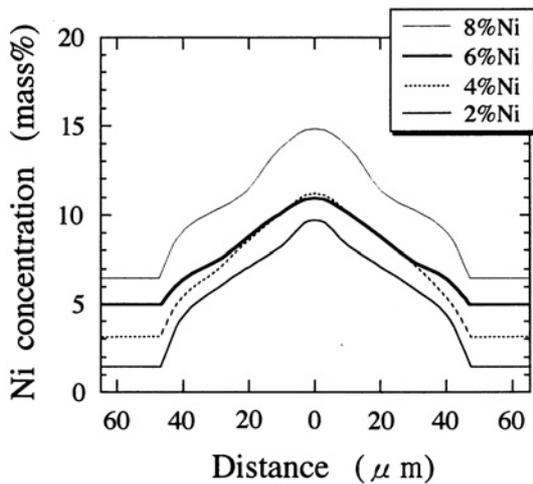


Fig.5 Profiles of Ni concentration in the white regions of MIM Fe-Ni-0.5Mo-0.4C steels tempered at 473K.

マルテンサイト相のみの組織を呈するよう検討した。まず、白色部組織のNi偏析率、Ms、Mf点の関係ならびにNiの拡散特性を考慮する^{4,5)}と、Fig.6に示すように射出成形-脱脂後の試料におけるNi粉末の凝集体が18 μm 以下であると、熱処理後のNiリッチ相は全面マルテンサイト組織となり、18 μm 以上であると残留オーステナイト相とマルテンサイト相の混在した組織になるようなモデルを構築することができた。従って次に、これまでの平均粒径が5 μm の針状カーボニルNi粉末 (Type123) とは異なり、粉末粒径が10~20 μm の球状を呈するカーボニルNi粉末 (Type4SP) を用いて実験を行った。なお組成は、優れた引張特性を示したFe-6Ni-0.5Mo-0.2Mn (mass%)とした。

473Kで3.6ksの焼戻しを施した両Ni粉末添加材 (焼結温度1,523K) の引張特性をFig.7に示す。これより、Type4SP添加材はType123添加材と比較して伸びの値はさほどかわらないものの引張強度は著しく低下しているのがわかる。そこで、これらを組織学的観点より調査、検討した。まず組織

(The size of agglomerated Ni powders = d_{Ni})

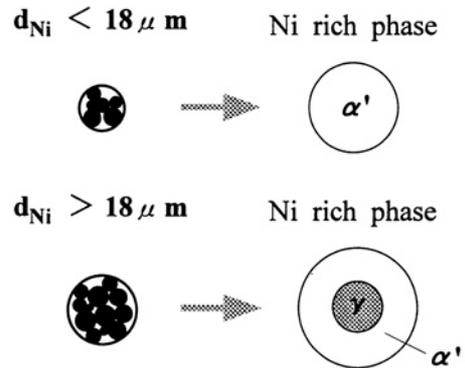


Fig.6 Schematic illustrations of the structure for Ni rich phase (white region) .

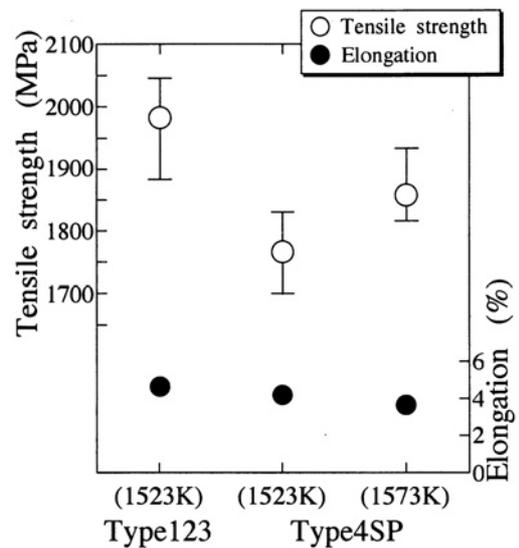


Fig.7 Tensile properties of MIM Fe-6Ni-0.5Mo-0.4C steels sintered at 1523K and 1573K, and tempered at 473K.

観察したところ、Type4SP添加材においてもType123添加材と同様にNiやMoが偏析した白色部組織が存在する微細な不均質組織を呈したが、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添加材と比較すると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確認された。またFig.8にType4SP添加材におけるNiリッチ相の中心からのEPMAによるNi濃度のプロフィールを示す。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Niリッチ相中に軟らかい残留オーステナイトが生成することが知られており、本試料においてもNiが十分に拡散していないため、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。従って、強度低下の原因と考えられるこの残留オーステナイト相を減少させるため、焼結温度を50K上昇させた1,573Kで行ったところ、Fig.8に併示しているようにNiは周囲の基地中へより拡散することでピーク濃度も低下していることが確認された。これら試料の引張試験の結果をFig.7

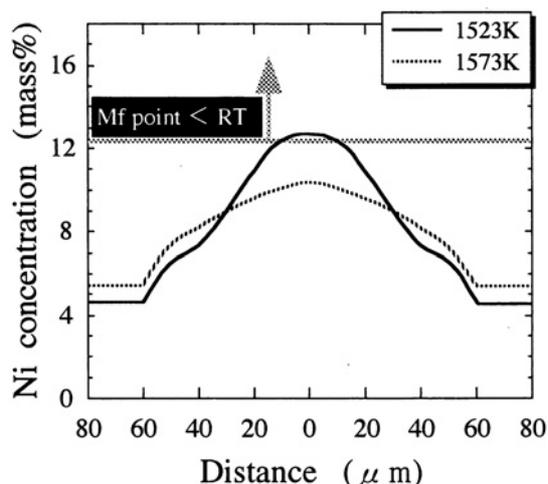


Fig.8 Effect of sintering temperature on the profiles of Ni concentration at the white region of MIM Fe-6Ni-0.5Mo-0.4C steels tempered at 473K.

に併示する。焼結温度の上昇により、引張強度は約100MPa上昇したが、これは密度に相違がほとんどないことから、Niリッチ相内の高濃度な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。ただ、Niリッチ相の分布ならびに寸法等の制御を考慮して^{5,6)}作製したType4SP添加材は、Type123添加材の機械的性質に依然として劣る結果となってしまった。これはメゾヘテロ組織をさらに追求し解明しなければならないことを示唆しており、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しているということだけでなく、Niリッチ相の分布状態、基地組織中へのNiの拡散状態、基地組織と白色部組織(Niリッチ相)との界面における整合性、応力負荷によるNi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、白色部組織におけるMo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、このような溶製法では不可能な粉末特有のメゾヘテロ組織を意図的に制御することが可能になれば、超強靱な焼結材料の創製に大いに有効であると考えている。

4 結言

代表的な機械構造用鋼種である4600鋼の組成を基に、Ni添加量を0～8mass%に変化させたMIM材を作製し、その熱処理材の各種機械的性質におよぼすメゾヘテロ組織の影響を調査、検討した結果、以下の結論を得た。

(1) Ni添加量の増加に伴い、延性を損なうことなく引張強度は飛躍的に上昇し、とくに6mass% Ni添加材においては引張強度が約2,000MPa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だメゾヘテロ組織の出現に起因したものである。

- (2) 白色部組織(Niリッチ相)において高Ni濃度のもものでは、Ms点が低下して常温でも軟らかい残留オーステナイトが出現し、それらが増加する8mass% Ni添加材で引張および疲労強度は低下した。
- (3) 本プロセスにおけるNiリッチ相の組織形態をモデル化したところ、混合時におけるNi粉末の凝集体が18μm以下である場合、熱処理後のNiリッチ相は全面がマルテンサイト組織となり、18μm以上の場合は、残留オーステナイト相とマルテンサイト相の混在した混合組織になるというモデルを構築することができた。

そこで、さらにメゾヘテロ組織の最適化を図るため、粉末粒径や形状が異なるNi粉末(Type4SP)を用いてMIM材を作製し、その熱処理材の静的特性等について調査、検討した結果、以下の結論を得た。

- (4) 両Ni添加材(焼結温度1,523K)において密度の差はないものの、Type4SP添加材はType123添加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Niリッチ相内のNi濃度が依然として高く、基地中へのNiの拡散が不十分であったことに起因したものと推察された。
- (5) そこで、Type4SP添加材において焼結温度を1,523Kから1,573Kへと50K上昇させ、Niをより拡散させることで引張強度が約100MPa上昇した。ただし、Type123添加材と比較すると依然として引張強度、伸びともに低く、さらなるメゾヘテロ組織の最適化に向けて、Niリッチ相の分布状態など多面的に検討する必要があることが示唆された。

参考文献

- 1) R. M. German 著, 三浦秀士, 高木研一 共訳: 粉末冶金の科学, 内田老鶴圃, (1996)
- 2) 三浦秀士, 本田忠敏: 粉体および粉末冶金, 39, (1992), 254.
- 3) 馬場剛治, 本田忠敏, 三浦秀士: 粉体および粉末冶金, 44, (1997), 443.
- 4) 松田光弘, 三浦秀士: 粉体および粉末冶金, 47, (2000), 681.
- 5) M. Matsuda and H. Miura: Proceedings of 2000 Powder Metallurgy World Congress, 1, (2000), 20.
- 6) 松田光弘, 三浦秀士: 粉体および粉末冶金, 48, (2001), 451.

(2002年1月15日受付)