

# 特別講演

□第167回春季講演大会浅田賞受賞記念特別講演  
(平成26年3月22日)

## ヘテロ組織を利用した MIM焼結低合金鋼の超強靱化

Super-high Strength Low Alloy Steels Produced by Injection  
Molding and their Heterogeneous Microstructures



\*脚注に略歴

三浦秀士  
Hideshi Miura

九州大学大学院 工学研究院 機械工学部門 教授

### 1 緒言

著者らは、これまでの研究において新しい金属粉末射出成形 (Metal Injection Molding) プロセスでの雰囲気制御による炭素量の精密制御法を提案するとともに、従来の粉末冶金法 (金型プレス成形の場合、通常の焼結低合金鋼の引張強さは1000 MPa級で伸びも1~2%) では得られない引張強度1800 MPa、伸び3~4%の極めて高性能な機械的性質 (焼結鍛造材に匹敵) を示す混合粉末法による焼結低合金鋼 (Fe-2%Ni-0.5%Mo-0.4%C熱処理材) を開発した<sup>1)</sup>。これに関しては、混合粉末による焼結材料特有の局所的に成分が傾斜した微細不均質 (ヘテロ) 組織 (とくに凝集Ni粉のFe基地粉への不十分な拡散により、最終的にNi濃度の傾斜に応じて出現するマルテンサイト相 (濃度が高い場合は残留オーステナイト相) を網目状に焼き戻しマルテンサイト相が取り囲んだ組織) が優れた特性を発現しているものと考えている。そこで、上記特性がNi粉の凝集という自然現象とFe-2%Ni-0.5%Moの組成のみを用いて得られたものであり、本鋼種を基本に人工的にNi粉の大きさや量あるいは焼結・熱処理条件などを変えることによって、さらに優れた特性 (目標: 引張強度2000 MPa以上、伸び5%以上、回転曲げ疲労強度600 MPa以上) を発現させることが十分に期待できることから、ヘテロ組織を構成する各相の成分や割合およびそれらの分散度などマイクロレベルでの組織形態の最適化について検討を行った。

### 2 実験方法

使用した粉末は、カーボニル鉄粉 (Fe-OM、平均粒径4.4 μm、福田金属箔粉工業 (株) 製) である。また、添加するNiとして、水アトマイズ粉末 (AKT-Ni、三菱製鋼 (株) 製) を3種類の粒度に分級して用いた。平均粒径は6、16、24 μmであり、それぞれを、Fine、Medium、Coarseと称する。粉末のSEM写真をFig.1に、化学成分をTable1に示す。それぞれの粉末は、Niの添加量が4、6、8 mass%となるように混合して用いた。バインダとして、パラフィンワックスを69 mass%、アタクチックポリプロピレンを20 mass%、カルナウバワックスを10 mass%およびステアリン酸を1 mass%配合した。粉末およびバインダは、粉末の配合比が65 vol%となるように混練を行い、得られた原料を用いて射出成形により平板のダンベル型引張試験片を作製した。成形体はまずヘプタン気相中での溶媒脱脂によりパラフィンワックスを抽出し、その後、加熱脱脂および焼結を連続的に行った。焼結は10<sup>-1</sup> Paの真空中で行い、焼結温度1200~1350 °Cで1時間保持した。得られた焼結体はAr雰囲気中で熱処理を行った。900 °Cにて30分保持した後、油中にて焼入れを行い、その後200 °Cにて120分保持した後空冷にて焼もどした。得られた試験片は、アルキメデス法による相対密度測定、炭素量分析、組織観察、EPMAによるNi分布状況の解析、および引張試験に供した。

\* 昭和52年に九州大学大学院工学研究科鉄鋼冶金学修士課程を修了、直ちに九州大学工学部・助手に任用、昭和61年7月に工学博士号を取得後、同年12月より熊本大学工学部・助教授、平成7年に教授昇任、平成16年に九州大学工学部・教授に転任、現在に至る。

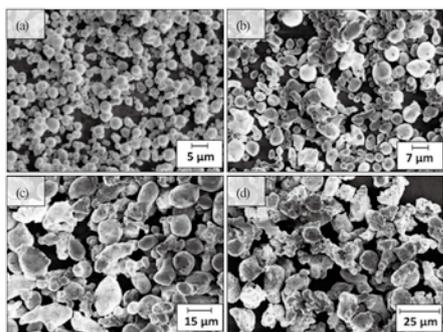


Fig.1 Secondary electron images of powders; a) fine Fe, b) fine Ni, c) medium Ni, and d) coarse Ni particles.

Table1 The chemical composition of Fe and Ni powders (mass%).

mass%	C	Si	Mn	Fe	Ni	O
Fe	0.76	-	-	Bal	-	0.30
Ni	0.01	1.10	0.19	0.28	Bal	0.001

### 3 実験結果および考察

得られた焼結体の密度は、いずれのNi粉末粒径、Ni添加量においても相対密度95%以上を示した。また、熱処理材の炭素量はいずれも0.4 mass%程度であった。

Fig.2に代表的な熱処理材の組織写真を示す。いずれの組織にも、図中に矢印で示すように、白く見えるNiリッチな領域が点在しており、その周囲に焼もどしマルテンサイト相が取り囲むネットワーク構造を呈していることがわかる。その場合、Ni粉末粒径が大きいほど、またNi添加量が多いほど、Niリッチな領域は大きくなっていることが観察される。

EPMAによるNiの分布状況をFig.3に示す。図中のスケールは、Ni濃度を表している。Ni濃度の高い部分と低い部分が存在しており、Ni濃度傾斜に伴うヘテロ組織であることが明らかである。なお、粒径の小さいNi粉末を使用することにより、NiがFeマトリックスにより拡散し、濃度差は小さくなっていることがわかった。また、Ni添加量が高いと濃度差も大きいことがわかった。

Fig.4に引張試験により得られた引張強度を示す。いずれも2000 MPa程度の非常に高い値を示している。その際、Ni粉末の粒径が小さいほうが高い強度および伸びを示しており、Ni添加量は6%のものが最大の値を示した。また、Fig.5に伸びを示す。伸びもNi粉末の粒径が小さいものほど高い値を示し、やはりNi添加量6%で最大の値を示した。Fine Niで添加量6%においては、引張強度2040 MPa、伸び8.1%という非常に強靱な特性を示した。これは、報告されているMIMによる焼結低合金鋼<sup>25)</sup>で最高のレベルであり、微細な

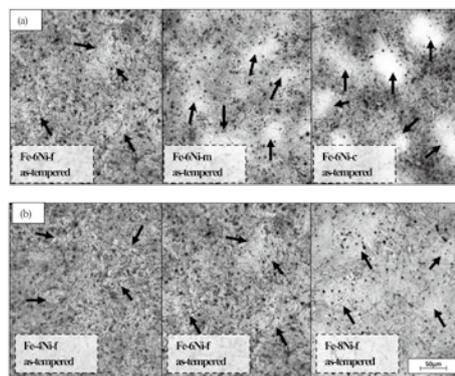


Fig.2 Optical Microstructure of the steel compacts sintered at 1250 °C for 1 hour in vacuum followed by quenched and tempered: (a) Fe-6Ni with different Ni powder size, and (b) Fe-4Ni, -6Ni and -8Ni with fine Ni particle. The -f, -m and -c stand for fine, medium and coarse particles, respectively. The arrows show the bright area in Ni-rich area.

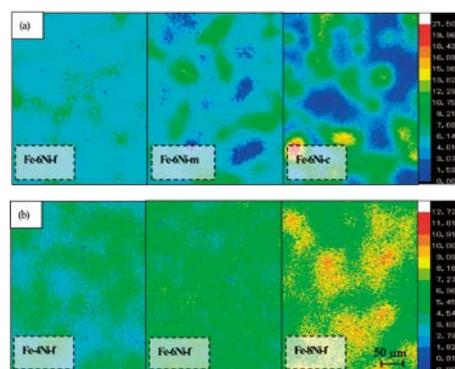


Fig.3 X-ray mapping for Ni by EPMA analysis for the steel compacts: (a) Fe-6Ni with different Ni particle size and (b) Fe-4Ni, -6Ni and -8Ni with fine Ni particle.

ヘテロ組織を有することから、このような超強靱な特性が得られたものと考えられる。

Fig.6に、Fine粉末を用いたNi添加量6%材の引張試験前後の硬度を示す。引張試験前は、Niリッチな領域は焼もどしマルテンサイト相に比べ、低い値を示していた。一方、引張試験後、Niリッチな領域の硬度は試験前に比べて20%近く増加しており、焼もどしマルテンサイト相より高い値を示している。一方、焼もどしマルテンサイト相では硬度の変化はほとんど見られない。

ここでさらに、X線回折 (XRD) による引張試験前後の残留オーステナイトの定量化も試みた。Fig.7に引張試験前後の残留オーステナイト量を示す。試験前に17%近く存在していた残留オーステナイトは、試験後は6%まで低減していた。以上のことから、Niリッチな領域で応力誘起マルテンサイト変態 (TRIP) が起こり、硬度の向上がみられたと考えられ、このことも起因して、ヘテロ組織を有する焼結低合金鋼の熱処理材で、超強靱な引張特性を示すことが明らかとなった。

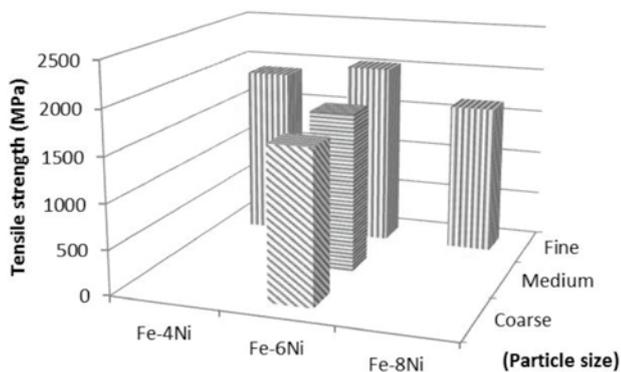


Fig.4 Tensile strength of Fe-Ni compact with different Ni content and particle size.

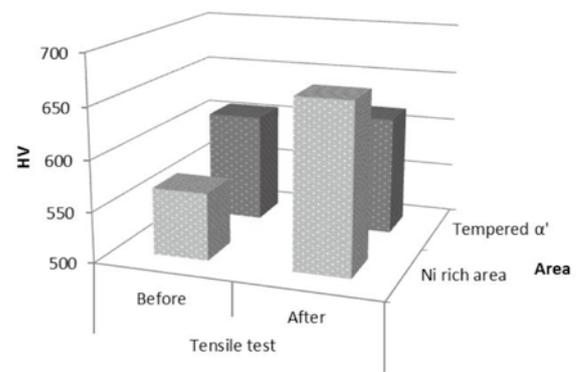


Fig.6 Influence of tensile deformation on hardness of the Fe-6Ni-f.

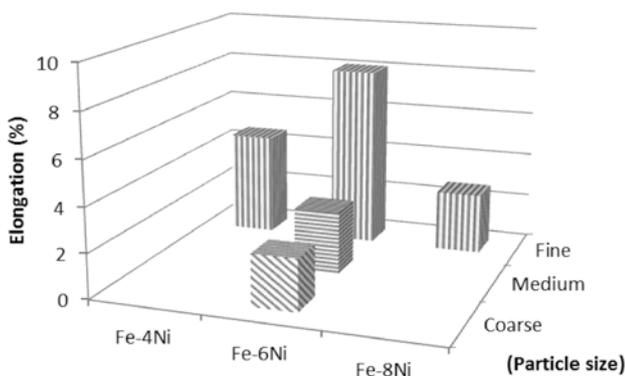


Fig.5 Elongation of Fe-Ni compact with different Ni content and particle size.

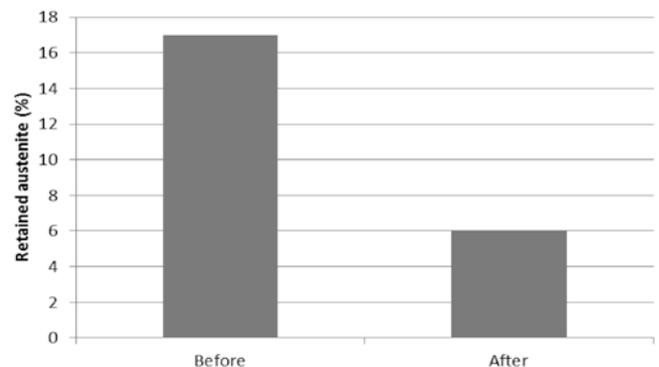


Fig.7 Influence of tensile deformation on volume of retained austenite phase in the Fe-6Ni-f.

## 4 結言

金属粉末射出成形を用いて、素粉末混合によりFe-Ni系の焼結低合金鋼を作製し、添加するNi粉末の粒径および添加量を検討した結果、以下の結果が得られた。

1. いずれの条件においても、熱処理材ではNiリッチな領域を網目状に取り囲んだ焼もどしマルテンサイト相から成る組織が観察された。
2. EPMAの結果、粒径の小さいNi粉末を使用した場合、よりNiの拡散が進行し、Niリッチな領域および焼もどしマルテンサイト相のNi濃度差は小さくなるものの、ミクロ的には依然としてヘテロな組織を呈していた。
3. 平均粒径6  $\mu\text{m}$ のNi粉末を使用し、そのNi添加量を6%とした、Fe-6Ni-0.4Cの引張強度は2040MPa、伸びは8.1%と超強靱な特性を示した。これは、従来より報告されている焼結低合金鋼では最高レベルである。
4. 引張試験前後の硬度変化および残留オーステナイトの定量により、Niリッチな領域での応力誘起マルテンサイト変態も起因して、提案のヘテロ組織が超強靱な特性を示したものと思われる。

## 謝 辞

本研究の遂行にあたり、九州大学大学院工学研究院機械工学部門、津守不二夫准教授、長田稔子助教、博士後期課程学生Wan Sharzi Wan Harun氏および材料加工工学研究室の諸氏の絶大なる協力に謝意を表す。また本研究はJSPS科研費24246123の助成を受けたものである。

## 参考文献

- 1) 三浦秀士, 味富信三, 安藤新二, 本田忠敏: 粉体および粉末冶金, 42 (1995) 3, 378.
- 2) H.Miura and M.Matsuda: Material Transactions, 43 (2002), 343.
- 3) Materials Standards for PM Structural Parts, 2009 Edition, MPIF, Princeton, NJ, (2009), 48.
- 4) Materials Standards for Metal Injection Molded Parts, 2007 Edition, MPIF, Princeton, NJ, (2007), 16.
- 5) Metals Handbook, 10th ed., vol. 1, ASM Int., Materials Park, OH, (1990), 430, 793.

(2014年3月31日受付)