

特集記事・10

希少金属資源と省合金型鉄鋼材料開発の今

省合金型合金鋼粉

Low Alloy Type Alloyed Steel Powder

宇波 繁
Shigeru UnamiJFEスチール(株) スチール研究所
鉄粉・磁性材料研究部
主任研究員

1 緒言

金属粉末を所望の形状の型に充填した後、加圧成形し、焼結するプロセスからなる粉末冶金法は、複雑形状の部品を安価にかつ大量に製造することが可能であるという特徴を有しているため、工業製品への応用例は拡大の一途をたどって来た。鉄系粉末冶金製品の機械的強度を高める目的で、黒鉛粉、必要に応じてNi、Cu、Moなどの合金成分が添加される。所望の形状に加圧成形された成形体は、1100℃～1300℃程度の非酸化性の雰囲気中で焼結される。高強度の焼結機械部品が必要な場合には、浸炭などの種々の熱処理を施すことも多い。

鉄系焼結材料の用途については、国内生産量の約90%は自動車を中心とする輸送機械部品であり、2013年に日本では自動車1台あたり約9kgの焼結部品が搭載されている。自動車の燃費向上の要求に伴い、鉄系焼結材料も高強度化による小型・軽量化が指向されている。また、原料コスト低減、省資源の観点から、できるだけ少ない合金量で高強度が実現できるいわゆる省合金型の原料粉が求められている。

本報告では、

- ①Niを添加しないで高強度かつ優れた被削性を実現するNiフリー合金鋼粉¹⁾
 - ②比較的低温の焼結温度でも焼結が促進し、高疲労強度焼結部品を実現するハイブリッド型Mo系合金鋼粉²⁾
 - ③高強度高靱性焼結部品を実現する低Cr系合金鋼粉³⁾
- について、紹介する。

2 被削性に優れたNiフリー合金鋼粉

2.1 開発の背景(ニーズ)

引張強さ600MPa級の鉄系焼結部品には、従来、Ni系拡散合金鋼粉(4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo組成)⁴⁾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複合組織が生成する等の特徴がある。この材料の課題としては、

- 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600MPa程度に留まる、
 - 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、加工費が増加する、
- 等が挙げられ、同等の機械的特性を有し、かつ、被削性に優れた合金鋼粉の開発が要望されていた。

そこで、以下に示す考え方に基づく低合金鋼粉を開発した。

- 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プレアロイ合金鋼粉を選択した。Moプレアロイ合金鋼粉は、水アトマイズ法でMoを完全に鉄に固溶させて製造するため、Mo濃度が均一であり、合金元素未拡散による軟質組織が無く、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。
- ③Moのプレアロイ化により、ベース粉粒子の塑性変形能が低下するため、高密度成形用潤滑剤⁵⁾を混合することにより、成形密度の低下を抑制した。

本章では、Niフリー合金鋼粉で製造した焼結体の機械的特性および被削性について報告する。

2.2 Niフリー合金鋼粉の焼結まま材の特性

Niフリー合金鋼粉の配合組成は、Fe-0.45%Moプレアロイ合

金鋼粉に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⁵⁾を混合した合金鋼粉(以下、FM600と称す)である。

FM600および4%Ni系拡散合金鋼粉を圧力590MPaで成形した後、吸熱型プロパン変成ガス(RXガス)中、1130℃で焼結したときの焼結体特性を図1に示す。FM600の焼結体の引張強さおよび硬さは、Ni系拡散合金とほぼ同等の値が得られている。一方、衝撃値はNi系拡散合金と比べると低い。回転曲げ疲労試験結果を図2に示す。FM600の焼結体のほうがNi系拡散合金より高く、195MPaの回転曲げ疲れ強さが得られる。

FM600および4%Ni系拡散合金鋼粉で作製した焼結体の断面組織を図3に示す。4%Ni系拡散合金鋼粉で作製した焼結体は、ベース鉄粉の表面に拡散付着している合金成分Ni、CuおよびMoの焼結時の拡散が不十分なため、合金濃度に対応して、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複合組織となっている。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織の周囲を、白く見えるベイナイト組織が取り囲ん

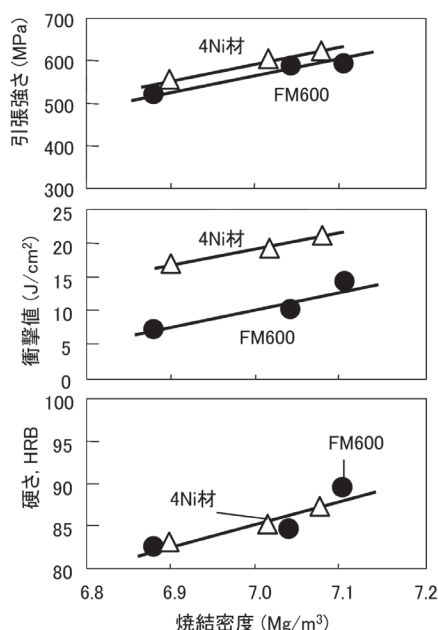


図1 FM600および4%Ni系合金鋼粉で作製した焼結体の機械的特性

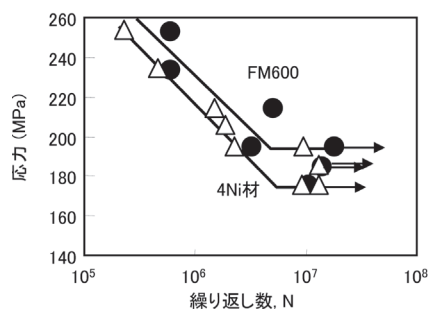


図2 FM600および4%Ni系合金鋼粉で作製した焼結体の回転曲げ疲れ強さ

だ組織となっている。

FM600および4%Ni系拡散合金鋼粉で作製した焼結体を旋盤加工したときの工具摩耗を図4に示す。FM600焼結体の旋削時の工具摩耗は、Ni系拡散合金に比べ5分の1以下となっており、非常に優れた被削性を示す。これは、図3に示したように、FM600の焼結体は、Ni系拡散合金に比べ硬度差の少ない組織であるため、切削における工具への断続的な負荷が低減し、工具摩耗が低減したものと考えられる。

Niフリー合金鋼粉FM600は、Ni系拡散合金鋼粉と比べて、少ない合金量で同等の機械的特性が得られ、さらに焼結体の被削性が優れるため、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・駆動系部品への採用が進んでいる。

3 ハイブリッド型Mo系合金鋼粉

3.1 開発の背景(ニーズ)

鉄系焼結部品において高い疲労強度を得るには、本質的に残存し、疲労破壊の起点となる気孔を低減・微細化することが有効である⁶⁾。2回成形2回焼結⁷⁾、温間金型潤滑成形⁸⁾などの工法を用いた高密度成形による気孔の低減、高温焼結

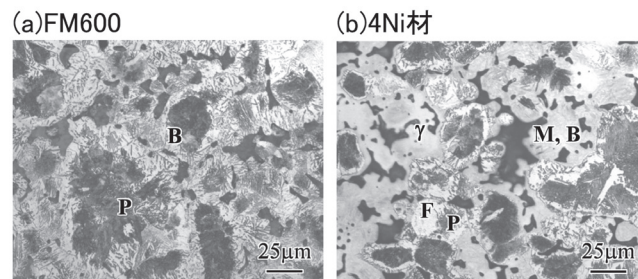


図3 FM600および4%Ni系合金鋼粉で作製した焼結体の微細組織

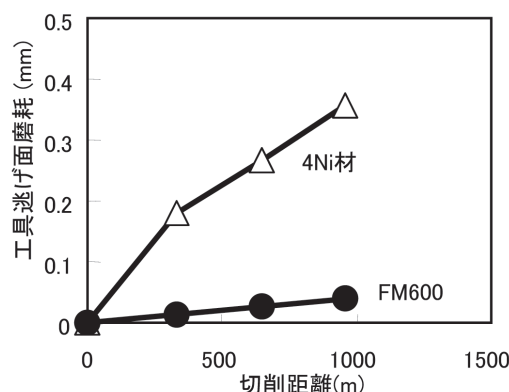


図4 FM600および4%Ni系合金鋼粉で作製した焼結体の被削性

(1200℃以上)における拡散促進による気孔の微細化などの方法が高疲労強度を必要とする部品に採用されてきた。しかし、これらの工法は、一般的な焼結プロセスと比べると、いずれも生産性が低く、高コストとなっている。

これらの課題を背景に、低コストで高疲労強度の焼結部品を実現する目的で、一般的な高生産性のメッシュベルト焼結炉の焼結条件である1150℃以下の比較的低い温度でも焼結拡散が促進する原料粉への強い要望があった。

鉄系焼結材料用の原料粉に添加する合金元素として、Moは、原料粉の製造工程や焼結部品の製造工程において酸化しにくく、また焼入れ性倍数が大きいという利点により、従来から多くの焼結部品に適用されてきた。一方、Moは α -Fe相生成元素でもあるため、一定以上のMoを含有させると、焼結温度の1000℃以上の高温でも α -Fe相が残存し、 α -Fe相が γ -Fe相より100倍程度拡散係数が大きい⁹⁾ため、焼結拡散が促進することが知られている¹⁰⁾。

そこで、Fe中にMoを予め固溶させたプレアロイ合金銅粉のMo濃度を低減し、固溶硬化による圧粉密度の低下を抑制するとともに、焼結拡散の場となるプレアロイ合金銅粉粒子の表面に、高温で α -Fe相を形成するMo高濃度部を配して、効率的に焼結促進を図るという考えに基づき、ハイブリッド型Mo系合金銅粉を開発した。プレアロイ銅粉にさらに合金成分を拡散付着させたものはハイブリッド型合金化と呼ばれている。ハイブリッド型Mo系合金銅粉の粒子構造模式図を図5に示す。ハイブリッド型Mo系合金銅粉は、Fe-0.6%Moプレアロイ合金銅粉表面に、全銅粉重量に対し0.2%相当量のMoを拡散付着させ、粉末粒子表面にMoの高濃度部を配した合金銅粉である。

本章では、ハイブリッド型Mo系合金銅粉で製造した焼結浸炭熱処理材の機械的特性について報告する。

3.2 ハイブリッド型Mo系合金銅粉の特性

ハイブリッド型Mo系合金銅粉およびFe-0.6%Moプレアロイ合金銅粉を、各種の成形方法により所定の密度に成形した後、吸熱型プロパン変成ガス(RXガス)中、1130℃で焼結し、

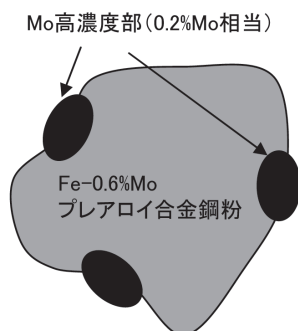


図5 ハイブリッド型Mo系合金銅粉の粒子構造模式図

浸炭焼入れ焼き戻し処理を施して焼結浸炭熱処理材を作製した。面圧疲労試験は、外径60mm、厚さ6mmの円板型試験片を用い、鋼球を試験片表面で転動させる6球式面圧疲労試験機により実施し、剥離に至るまでの繰返し数を測定した。

焼結体の密度とワイブル分布によって求めた50%寿命(累積破壊確率50%に相当する回転数)の関係を図6に示す。高密度成形により密度が向上するに従い、ハイブリッド材の50%寿命は高くなる。同一密度で比較すると、ハイブリッド材は、プレアロイ材における値の3倍に達し、非常に優れた面圧疲労強度を示す。

回転曲げ疲労試験は、平行部径8mm、長さ15.4mm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3000rpm、応力比 $R=-1$ の条件で実施した。耐久限度は繰返し数 10^7 回において破壊しない応力として求めた。図7には、焼結浸炭熱処理材の回転曲げ疲労試験結果を示す。高密度成形により密度が向上するに従い、ハイブリッド材の回転曲げ疲労強度は高くなる。同一密度で比較すると、ハイブリッド材は、プレアロイ材より30MPa高い、優れた回転曲げ疲労強度を示す。

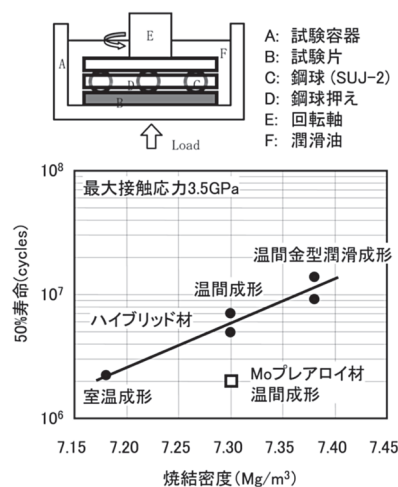


図6 ハイブリッド型Mo系合金銅粉-焼結浸炭熱処理材の面圧疲労強度

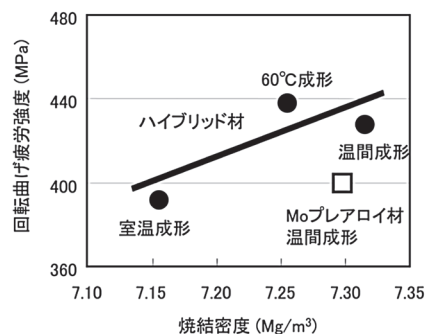


図7 ハイブリッド型Mo系合金銅粉-焼結浸炭熱処理材の回転曲げ疲労強度

3.3 疲労強度の向上機構

ハイブリッド型Mo系合金鋼粉およびFe-0.6%Moプレアロイ合金鋼粉を用いて作製した成形体の900℃におけるX線回折結果を図8に示す。Moプレアロイ材は γ -Fe単相であるのに対し、ハイブリッド材では γ -Fe相と α -Fe相が検出される。したがって、ハイブリッド型Mo系合金鋼粉の粒子表面のMo高濃度部が、900℃で α -Fe相として存在しているものと考えられる。

粗大気孔率と回転曲げ疲労強度の関係を図9に示す。粗大気孔が少なくなるほど、疲労強度は向上する。ハイブリッド材の粗大気孔率は、同じ成形方法（温間成形）で比べると、Moプレアロイ材より少ない。これは、ハイブリッド型Mo系合金鋼粉の表面に存在するMo高濃度部が、焼結時に拡散係数が高い α -Fe相となり、焼結が促進されたため、粗大な気孔が減少したものと推測される。ただし、ハイブリッド材は、同程度の粗大気孔率でも、Moプレアロイ材より高い疲労強度が得られる。

ハイブリッド型Mo系合金鋼粉焼結体の電子線プローブマイクロアナリシス（EPMA）によるMoマッピング像を基に算出したMoの濃度分布を図10に示す。ハイブリッド型Mo系合金鋼粉の表面に存在するMo高濃度部が焼結時に十分に均一には拡散しないため、Moの濃度分布が生じると考えられる。平均濃度以上に濃化したMo濃化部は、最大2mass%程度のMo濃度を有し、面積率は40%を超える。Mo濃化部は気孔周囲に存在し、Moの固溶硬化により基地部より強度が

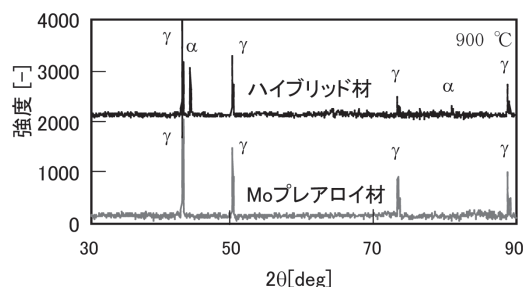


図8 高温X線回折結果

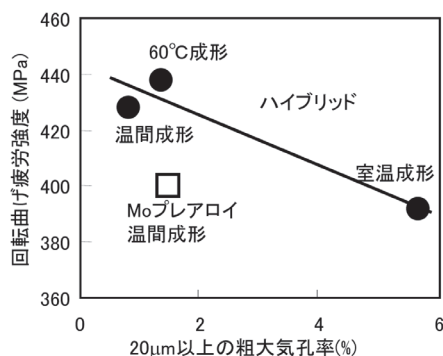


図9 20 μ m以上の粗大気孔率と回転曲げ疲労強度の関係

高いと考えられる。

したがって、ハイブリッド型Mo系合金鋼粉を用いた焼結材料の高い疲労強度は、粗大で複雑形状の気孔が減少したことに加え、気孔周囲へのMoの濃化により焼結ネックが強化されたため、疲労き裂の発生および伝播を抑制したことに起因するものと考えられる。

ハイブリッド型Mo系合金鋼粉は、比較的低い焼結温度でも、 α -Fe相の効果により焼結が促進するため、高疲労強度の焼結・熱処理材を実現する。高生産性の汎用メッシュベルト炉による焼結で高疲労強度の焼結部品の製造が可能な原料粉として、エンジンスプロケットなどの駆動系部品への採用が進んでいる。

4 高強度高靱性焼結部品を実現する低Cr系合金鋼粉

4.1 開発の背景（ニーズ）

Cr、Mnは、焼入れ性に優れ、溶製鋼材では広く用いられる一般的な合金元素であるが、酸素との親和力が高く、原料粉の製造工程や焼結部品の製造工程において酸化しやすいため、圧縮性や機械的特性の低下を引き起こすという問題があり、焼結部品への適用は限定的であった。近年、製造工程における酸化の抑制により、優れた焼入れ性を生かし、低コストで有用な合金元素として注目されている。

本章では、製造工程での酸化の影響を抑制した少量のCr、MnおよびMoを含有するプレアロイ合金鋼粉を用いた焼結・熱処理材の機械的特性に及ぼす各種熱処理条件の影響を調べた結果を述べる。

4.2 低Cr系合金鋼粉の焼結熱処理材の特性

低Cr系プレアロイ合金鋼粉5CRA (0.5%Cr-0.2%Mn-0.2%Mo組成) に天然黒鉛粉0.6~0.9%、高密度成形用潤滑剤⁵⁾ 0.5%を添加した粉末を用いた。また、比較材として、Ni系拡散合金鋼粉 (Fe-4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo組成) に天然黒鉛粉0.3%、ステ

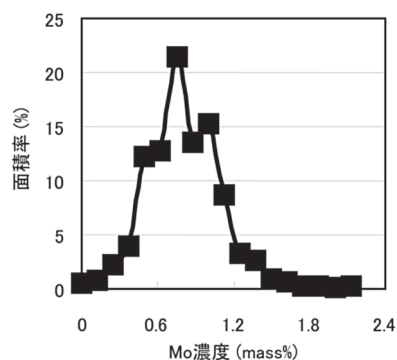


図10 ハイブリッド型Mo系合金鋼粉焼結体のMo濃度分布

アリン酸亜鉛粉0.8mass%を混合した粉末（以下、4Ni 系合金鋼粉）を用いた。これらの供試粉を圧粉密度7.15Mg/m³で成形した後、N₂-10vol%H₂ガス中で、1200℃で焼結した。その後、焼結体にガス浸炭、真空浸炭および光輝焼入れのいずれかの熱処理を行った。

各種熱処理材の焼結体C量と引張強さとの関係を図11に示す。引張強さは、いずれの熱処理条件においても、焼結体C量が0.4～0.5%で最大となり、光輝焼入れ材では1500MPaを超え、真空浸炭材で4Ni系合金鋼粉のガス浸炭材と同等の約1350MPaとなり、ガス浸炭材では1230MPa程度となった。

シャルピー衝撃値については、光輝焼入れ材では、焼結体C量が0.4%前後で最大となり、4Ni系合金鋼粉のガス浸炭材を上回る25J/cm²が得られた。真空浸炭材、ガス浸炭材では焼結体C量の影響はほとんどなく、いずれも10J/cm²程度であった。

硬さは、いずれの熱処理条件においても、焼結体C量の増加とともに増加する傾向を示した。

低Cr系合金鋼粉5CRAを用いた焼結・熱処理材の機械的特性について考察する。まず、ガス浸炭材では、粒界酸化が生じるためCr、Mnが欠乏することにより焼入れ性が低下し、不完全焼入れ組織のベイナイトを生成したために引張強さ、衝撃値が低下したと推定される。しかしながら、4Ni系合金鋼粉のガス浸炭材を上回る硬度が得られており、Cr、Mn、Mo

の高い焼入れ性の効果、残留オーステナイトが少ない効果が出ていると考えられる。真空浸炭材は、焼結体C量0.5%付近で引張強さは4Ni系合金鋼粉のガス浸炭材と同等の値が得られたが、衝撃値は低い結果となった。これは表面部に炭化物が形成されていることが原因と考えられるため、真空浸炭条件の改善による炭化物形成の抑制により、特性の改善が期待される。光輝焼入れ材は、粒界酸化を生じない均一な焼き戻しマルテンサイトとなっており、4Ni系合金鋼粉のガス浸炭材を上回る高強度・高靱性の要因となっていると考えられる。

低Cr系合金鋼粉5CRAは、低合金量であるにもかかわらず、焼結後、各種熱処理と組み合わせることにより、優れた機械的特性を示しており、焼結部品のコスト低減に貢献できると期待され、各種自動車焼結部品への適用の検討が進められている。

5 結言

本報告では、高強度と被削性が両立したNiフリー合金鋼粉、高疲労強度焼結部品を実現するハイブリッド型Mo系合金鋼粉、高強度高靱性焼結部品を実現する低Cr系合金鋼粉について、紹介した。いずれも、合金成分の特長を生かした合金設計とすることにより、少ない合金量で自動車部品用の焼結材料に必要な特性を実現している。今後、さらに、省合金型合金鋼粉の需要が高まっていくものと期待される。

参考文献

- 1) 宇波繁, 尾崎由紀子, 尾野友重: JFE技報, (2010) 26, 54.
- 2) 宇波繁, 尾崎由紀子: まてりあ, 46 (2007) 2, 93.
- 3) T.Maetani, S.Unami, Y.Ozaki and Y.Yamanishi: Proceedings of the Euro PM2013, (2013), 32F_EP13149, CD-ROM.
- 4) 小倉邦明, 阿部輝宣, 横石幸雄, 高城重彰, 峰岸俊幸, 初谷栄治: 川崎製鉄技報, 19 (1987) 3, 202.
- 5) 尾崎由紀子, 尾野友重, 宇波繁: JFE技報, (2005) 7, 1.
- 6) B.Lindqvist: Metal Powder Report, June, (1989), 443.
- 7) 小倉邦明, 高城重彰, 前田義昭, 香月淳一, 桜田一男: 川崎製鉄技報, 21 (1989) 3, 250.
- 8) S.Unami and S.Uenosono: Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Part 7, (2003) 288.
- 9) F.S.Buffington, K.Hirano and M.Cohen: Acta Metallurgica, 9 (1961) 434.
- 10) 田辺重則, 森田明宏, 柴田治郎, 朝倉健二: 粉体および粉末冶金, 35 (1988) 4, 233.

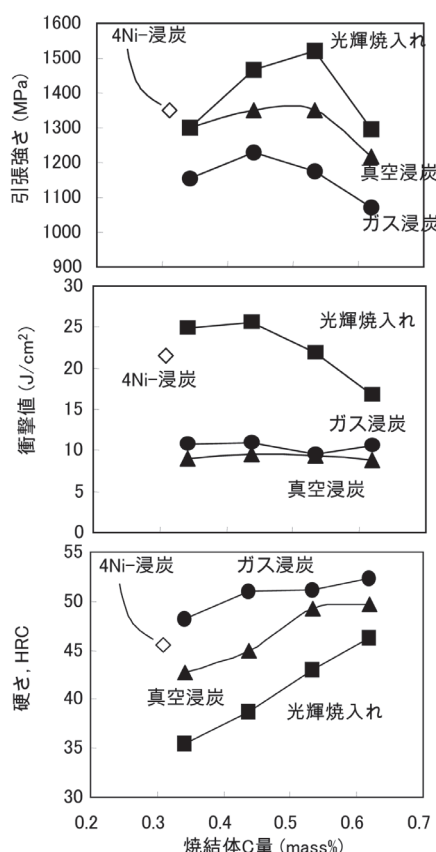


図11 Cr系合金鋼粉の焼結・熱処理材の機械的特性

(2015年8月28日受付)