

Densification of Sintered Compacts Made from Alloyed Steel Powder by Repressing and Their Properties



小倉 邦明
Kuniaki Ogura

ハイテック研究所 新素材研究センター金属粉末グループ 主任研究員(課長補)



高城 重彰
Shigeaki Takajo

ハイテック研究所 新素材研究センター金属粉末グループ 主任研究員(課長)・理初



前田 義昭
Yoshiaki Maeda

千葉製鉄所 管理部鉄粉管理室 主査(課長)



香月 淳一
Jun-ichi Katsuki

千葉製鉄所 鉄粉部長



桜田 一男
Ichio Sakurada

新事業本部 新素材事業推進部 主査(部長)

1 緒 言

自動車エンジンの高出力化に伴い、オイルポンプやシンクロハブなどの焼結部品に、溶製鋼材や焼結鍛造材に代わる、高密度で高強度の焼結材料が要求されている^{1,2)}。このために、再圧縮法による高密度化³⁾や、合金元素の添加と焼結後の熱処理による高強度化⁴⁾が期待できる。

しかし、現在用いられている 4%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo 複合金鋼粉⁵⁻⁷⁾や 1.75%Ni-0.5%Mo プリアロイ鋼粉^{8,9)}は、おもに 1 回の成形・焼結で高強度が得られるように組成が選択されているため、焼結体が硬く、再圧縮による高密度化には不向きである。

本報では、再圧縮および熱処理に適した新組成の合金鋼粉 KIP 4600ES (1%Ni-0.3%Cu-0.2%Mo) を中心に、焼結体の再圧縮性、焼結体熱処理後の静的強度および転動疲労強度を、従来鋼粉と比較して調べる。さらに、高密度焼結材のガス浸炭条件について述べる。

要旨

焼結体の再圧縮による高密度化およびその熱処理後の特性を、新組成のプリアロイ鋼粉 KIP 4600ES を中心に調べた。

1%Ni-0.3%Cu-0.2%Mo 組成の 4600ES は、従来のプリアロイ鋼粉より圧縮性に優れ、焼結組織は軟らかいフェライトが主体のために、再圧縮性も良好である。0.3% の黒鉛添加、690 MPa の成形、1 250°C の焼結、690 MPa の再圧縮により、7.46 Mg/m³ の高密度となる。

浸炭焼入れ材の転動疲労強度およびヤング率は密度依存性が大きい。4600ES 焼結体の転動疲労強度は、再圧縮と 360 min の浸炭、焼入れ焼もどしにより、3.14 GPa に達する。

このように新しく開発した合金鋼粉 4600ES は再圧縮・熱処理法に好適であり、高密度および高転動疲労強度など、最近の焼結部品の高性能化への要求に応えることができる。

Synopsis:

The densification of sintered compacts by repressing and their properties after heat treatment have been investigated for the compacts made from a new grade prealloyed steel powder KIP 4600ES and other powders.

The powder 4600ES contains 1%Ni, 0.3%Cu and 0.2%Mo and is more compressible than conventional prealloyed steel powders. The sintered compacts made from 4600ES remain soft even with graphite addition because of having the ferritic microstructure. Therefore, the density increases sufficiently by repressing to 7.46 Mg/m³, when the powder is mixed with 0.3% of graphite, compacted at 690 MPa, sintered at 1 250°C and repressed at 690 MPa.

The contact fatigue strength as well as the Young's modulus of case-hardened compacts depends mainly on the density. A contact fatigue strength of the repressed compacts of 4600ES attains 3.14 GPa after carburization (360 min), quenching, and tempering.

The recent demand for sintered structural components with high density and high contact fatigue strength will be adequately met by the new prealloyed steel powder 4600ES in combination with repressing and heat treatment processes.

2 再圧縮・熱処理法に適した合金鋼粉

再圧縮法のプロセスを Fig. 1 に示す。再圧縮に適した鋼粉は、焼結体が熱処理前には軟らかく、熱処理後に高強度となるように合金組成を選択する必要がある。2 回焼結法は低温予備焼結が可能であるから、再圧縮による高密度化に有利であるが、一方の 1 回焼結法は 1 回で十分に焼結させる必要があるから、とくに合金組成の選択が重要である。焼結のまま硬さが低ければ、焼結後のサイジング

* 平成元年 3 月 23 日原稿受付

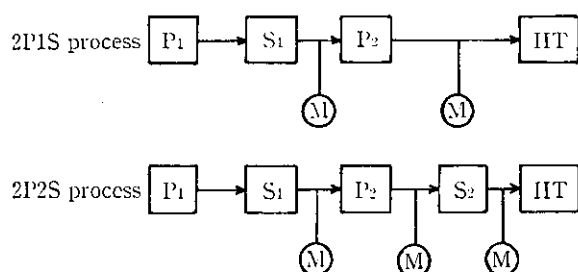


Fig. 1 Powder metallurgical processes including repressing and heat-treatment

や機械加工が容易で、高い寸法精度が要求される複雑形状部品にも有利である。

また、高い最終焼結密度を得るためには鋼粉の圧縮性が良好であること、さらに焼結時や熱処理時に部品の寸法精度を保つには、鋼粉中の合金成分が均一であることが望ましい。

KIP 4600ES は、これらの要請を満たすとともに、通常の焼結や熱処理設備を使用しても酸化による特性劣化が無いように、合金組成を選択している。

3 合金鋼粉の再圧縮性と強度

4 種類の合金鋼粉を用い、焼結体の再圧縮性を調べ、つぎに、光輝焼入れを施し、静的強度と再圧縮密度との関係を求める。

3.1 実験方法

比較を行った 4 種類の合金鋼粉の化学組成を Table 1 に示す。KIP 4600ES は再圧縮・熱処理用に開発された新組成のプリアロイ鋼粉、KIP 4600AS および KIP 4100VS は、それぞれ Ni 系、Cr 系プリアロイ合金鋼粉である。KIP シグマロイ 415 は鉄粉粒子表面に合金成分を拡散付着させた複合金鋼粉である。

合金鋼粉に 1% のステアリン酸亜鉛と 0~0.8% の黒鉛を混粉して、540 MPa の圧力で成形後、75% H_2 -25% N_2 雰囲気中 1250°C で 15 min 焼結した。再圧縮性は焼結体を 690 MPa で再圧縮し、前後の密度上昇量によって評価した。抗折力は再圧縮体を再焼結・熱処理して測定した。再焼結は 75% H_2 -25% N_2 雰囲気中 1250°C で 60 min とし、熱処理は、Ar 中 800°C で 30 min 加熱後油中に焼入れ、その後 180°C で 90 min 焼もどしとした。

3.2 結果と考察

3.2.1 4600ES 合金鋼粉の圧縮性

4 種類の合金鋼粉の圧縮性を Fig. 2 に示す。KIP 4600ES は、複合金鋼粉の KIP シグマロイ 415 を除いた 3 種のプリアロイ鋼粉の中では、最高の圧縮性を示す。

3.2.2 焼結体硬さ

Fig. 3 に焼結体硬さを比較する。黒鉛を添加しない場合は KIP 4600ES、KIP 4600AS、KIP 4100VS のいずれも焼結体硬さが低いが、KIP 4600AS、KIP 4100VS は黒鉛添加量とともに硬さが増加する。しかし、KIP 4600ES は黒鉛添加時でも焼結体硬さが低く、再圧縮法に適している。一方、KIP シグマロイ 415 は黒鉛を添加しない場合でも焼結体硬さが高い。

3.2.3 再圧縮後の密度

再圧縮後の密度を Fig. 4 に示す。焼結体硬さがもっとも低い KIP 4600ES がもっとも再圧縮性に優れ、0.6% の黒鉛添加時においても、再圧縮により 0.2 Mg/m³ 以上の密度上昇が得られる。しか

Table 1 Chemical compositions of alloyed steel powders (%)

Powder	Ni	Cu	Mo	Mn	Cr	Sum
KIP 4600ES	1.05	0.31	0.21	0.08	—	1.65
KIP 4600AS	1.45	0.53	0.47	0.09	—	2.54
KIP 4100VS	—	—	0.26	0.78	1.05	2.09
KIP SIGMALOY 415	4.24	1.55	0.54	0.05	—	6.38

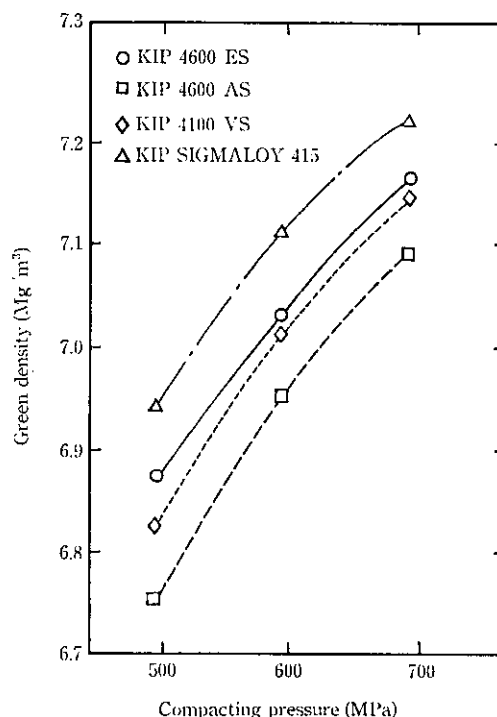


Fig. 2 Compressibility of various alloyed steel powders with 1% zinc stearate

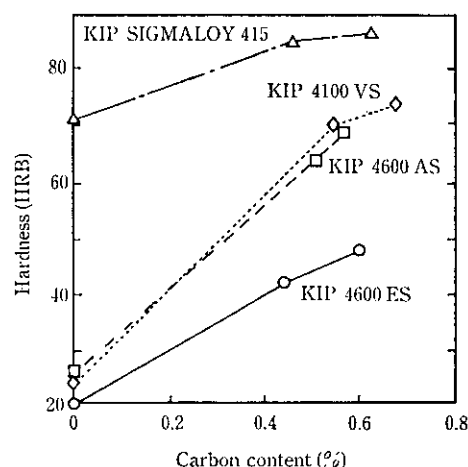


Fig. 3 Apparent hardness after sintering of various alloyed steel powders compacted at 540 MPa and sintered in 75% H_2 -25% N_2 at 1250°C for 15 min

し、KIP シグマロイ 415 は、圧縮性が高いにもかかわらず焼結体硬さも高いため、再圧縮による密度上昇が少なく、最終密度が低い。

3.2.4 焼結体の組織

4 種類の合金鋼粉から作製した再圧縮前焼結体の光学顕微鏡組織を Photo 1 に示す。KIP 4600ES は黒鉛を 0.6% 添加してもフェラ

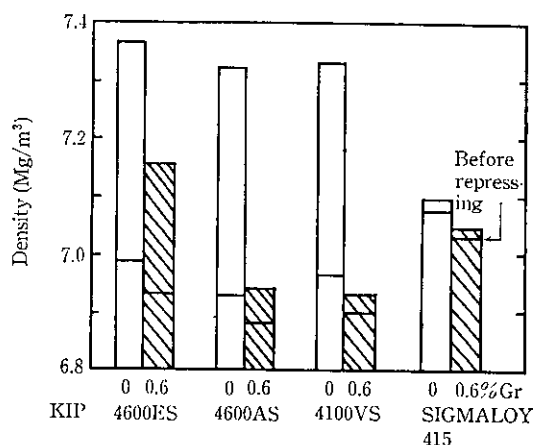
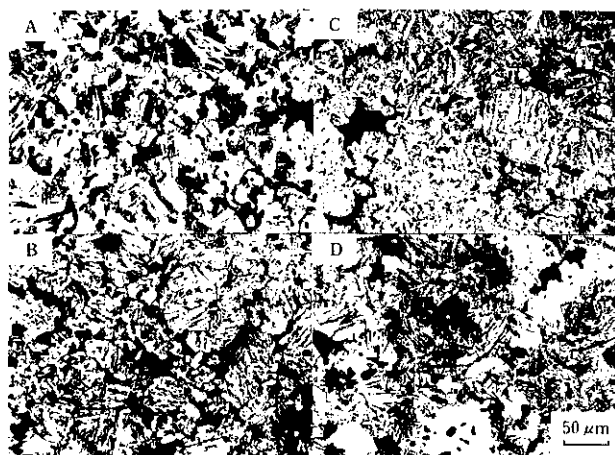


Fig. 4 Repressed density of various alloyed steel powders compacted at 540 MPa, sintered in 75% H_2 -25% N_2 at 1 250°C for 15 min, and repressed at 690 MPa



(A) KIP 4600ES (C) KIP 4100VS
(B) KIP 4600AS (D) KIP SIGMALOY 415

Photo 1 Microstructures of various alloyed steel powder compacts before repressing (admixed graphite 0.6%, sintered in 75% H_2 -25% N_2 at 1 250°C for 15 min)

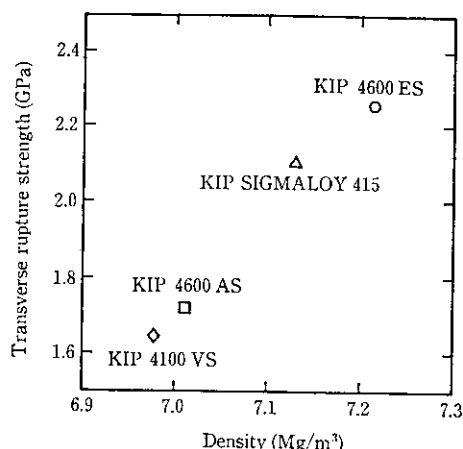


Fig. 5 Density and strength of repressed and resintered alloyed steel powder compacts (admixed graphite, 0.6%; compacting, 540 MPa; sintering, 75% H_2 -25% N_2 at 1250°C for 15 min; repressing, 690 MPa; resintering, 75% H_2 -25% N_2 at 1250°C for 30 min; oil quenching, 800°C; tempering, 180°C for 90 min)

イトを主体とする組織のため硬さが低い。KIP 4600AS, KIP 4100 VS ではベイナイト組織が, KIP シグマロイ 415 では Ni の拡散により一部マルテンサイト化した組織が認められ, 再圧縮性を阻害する原因になる。

3.2.5 熱処理後の特性

Fig. 5 に, 黒鉛を 0.6% 添加し, 1 250°C で焼結後, 再圧縮・油焼入れを施した場合の, 最終密度と抗折力との関係を示す。抗折力は合金組成よりも密度に強く依存し, もっとも高い密度の得られる KIP 4600ES がもっとも高い。KIP 4600ES 再圧縮と熱処理によって初めて高い強度が得られる特徴がある。

4 合金鋼粉再圧縮材の転動疲労強度

高密度焼結材料は, 歯車やシンクロハブなど転動疲労強度が要求される自動車用部品への適用が期待されるため, ガス浸炭焼入れを施した再圧縮高密度材の転動疲労強度を求め, 合金組成と焼結密度の影響を調べた。

4.1 実験方法

Table 1 の合金鋼粉に 0.3% の黒鉛と 1% のステアリン酸亜鉛を添加後, 470~790 MPa の圧力で外形 60 mm, 内径 20 mm, 厚さ 5 mm の円板状に成形, 75% H_2 -25% N_2 雰囲気中 1 250°C で 60 min 焼結した。焼結体は成形圧力と同一圧力で再圧縮後, 肌焼き処理を施すために, 0.85% のカーボンポテンシャルで 900°C で 180 または 360 min ガス浸炭後, 油中に焼入れ, 180°C で 30 min 焼もどした。転動疲労強度は, 荷重をかけた鋼球を試験片表面で転動させる 6 球式軸受疲労試験機を用い, 疲労限 (10⁷ 回) の荷重を求めて, この時の最大接触応力 (ヘルツ応力) を算出して求めた。最大接触応力の算出には, 超音波伝播速度測定により求めた焼結体のヤング率を用いた。焼結体表面の残留応力は X 線回折により測定した。

4.2 結果と考察

4.2.1 焼結体のヤング率

焼結体のヤング率は, 焼結密度と超音波パルス・エコーにより測定した焼結体中の超音波伝播速度を用い, (1) 式に従って求めた。

$$E' = \frac{(C_{11} + 2C_{12}) \times (C_{11} - C_{12})}{C_{11} + C_{12}} \quad (1)$$

ここで,

$$C_{11} = \rho V_L^2$$

$$C_{12} = \rho V_L^2 - 2\rho V_S^2$$

E' : 焼結体のヤング率

C_{11} : 弾性定数

C_{12} : 弾性定数

V_L : 縦波伝播速度

V_S : 横波伝播速度

ρ : 焼結体の密度

焼結体のヤング率は Fig. 6 に示すように, 焼結のままの場合と同様, おもに密度⁹⁾に依存し, 組織や組成にかかわらず, (2) 式で表される。

$$E' = -342 + 69.2 \rho \quad (2)$$

E' : 焼結体のヤング率 (GPa)

ρ : 焼結体の密度 (Mg/m³)

焼結体の転動疲労強度は, 疲労限の負荷が求められた場合次式に従って求められる。

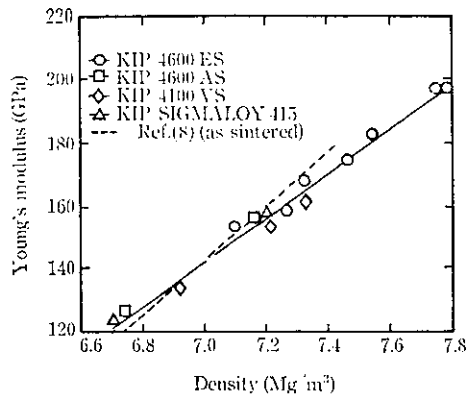


Fig. 6 Young's modulus of repressed and carburized sintered compacts of various density (admixed graphite, 0.3%; compacting, 470~790 MPa; sintering, 75% H_2 -25% N_2 at 1250°C for 60 min; repressing, 470~790 MPa; carburizing, 900°C at C potential 0.85% for 180 min; tempering, 180°C for 60 min)

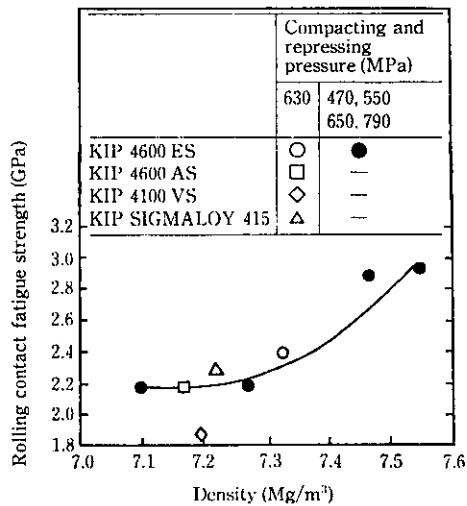


Fig. 7 Rolling contact fatigue strength of repressed and carburized sintered compacts (admixed graphite 0.3%, sintered in 75% H_2 -25% N_2 at 1250°C for 60 min, carburized at 900°C, C potential 0.85% for 180 min, and tempered at 180°C for 60 min)

$$\sigma_w = 0.62 \sqrt[3]{\frac{P(E \cdot E')^2}{r^2(E + E')^2}} \quad (3)$$

σ_w : 焼結体の転動疲労強度

P : 疲労限の試験鋼球の負荷荷重

r : 試験鋼球の半径

E : 試験鋼球のヤング率

(3) 式を用いて算出した焼結体の転動疲労強度を Fig. 7 に示す。KIP 4100VS を除いておもに密度に依存し、焼結体気孔が閉気孔化する 7.4 Mg/m^3 以上で急激に向上する。組成の影響は少なく、同じ 630 MPa の圧力で成形・再圧縮した場合、もっとも高い再圧縮密度が得られる KIP 4600ES の転動疲労強度がもっとも高い。KIP 4100VS は焼結時に酸化されやすい Mn や Cr を含むため、同じ密度の他の鋼粉より低い。

4.2.2 焼結体の転動疲労強度

転動疲労強度の挙動は、焼結体の密度に加え、転動負荷時の焼結体中のせん断応力が最大になる位置の強度と表面残留応力に関係す

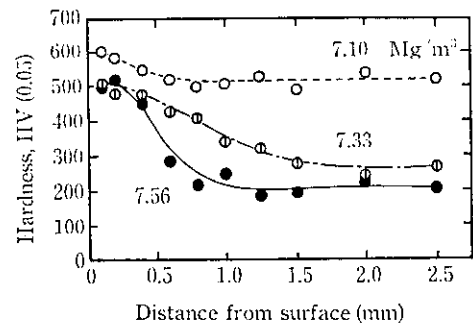


Fig. 8 Influence of sintered density on hardness distribution in carburized compacts of KIP 4600ES (admixed graphite, 0.3%; compacting, 470~790 MPa, sintering, 75% H_2 -25% N_2 at 1250°C for 60 min; repressing, 470~790 MPa, carburizing, 900°C at C potential 0.85% for 180 min; tempering, 180°C for 60 min)

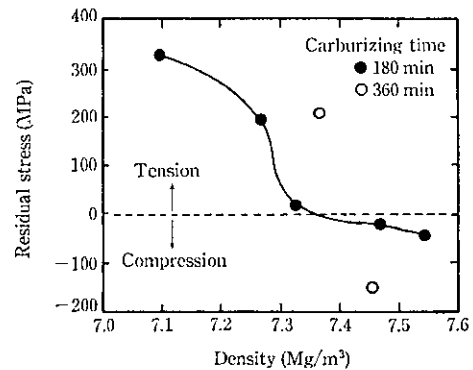


Fig. 9 Influence of density and carburizing time on residual stress in carburized compacts of KIP 4600ES (admixed graphite, 0.3%; compacting, 470~790 MPa; sintering, 75% H_2 -25% N_2 at 1250°C for 60 min; repressing, 470~490 MPa; carburizing, 900°C; tempering, 180°C for 60 min)

ると予想される。Fig. 8 に KIP 4600ES のガス浸炭材の硬さ分布を示す。浸炭硬化深さは 7.4 Mg/m^3 以上の密度で急激に浅くなるが、せん断応力が最大になる位置は表面から約 0.1 mm 以内であると計算され⁹⁾、いずれも浸炭硬化層内である。そのため、この密度範囲では、浸炭硬化深さは転動疲労強度に影響しないと考えられる。

一方、焼結体表面の残留応力は Fig. 9 に示すように、7.4 Mg/m^3 以上の密度で引張りから圧縮に急激に変化し、この残留圧縮応力が密度の増加に加えて疲労強度を向上させると考えられる。

表面残留応力は、密度以外に、浸炭時間によっても変化し、密度 7.4 Mg/m^3 以上の高密度領域では浸炭時間の増加により残留圧縮応力が一層増加する。このため転動疲労強度は、Fig. 10 に示すように密度 7.37 Mg/m^3 においては、360 min 浸炭と 180 min 浸炭とで差がないが、7.46 Mg/m^3 において、360 min 浸炭では 180 min 浸炭より大幅に向上し、3.14 GPa が得られる。

5 合金鋼粉再圧縮材のガス浸炭特性

密度の上昇により浸炭深さが低下すると、部品強度が不足する問題がある。そこで、黒鉛添加時にも高い再圧縮密度が得られる KIP 4600ES を用い、黒鉛添加量と浸炭時間が再圧縮・熱処理材の特性に及ぼす影響を調べる。

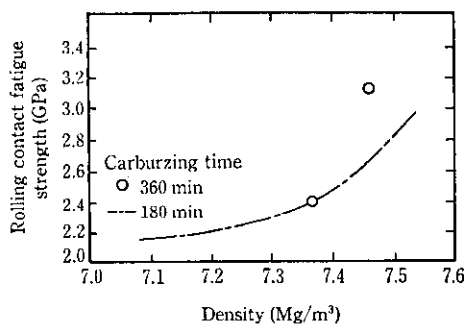


Fig. 10 Influence of carburizing time on rolling contact fatigue strength of repressed and carburized sintered compacts of KIP 4600ES (admixed graphite, 0.3%; compacting, 630 & 690 MPa; sintering, 75% H₂-25% N₂ at 1250°C for 60 min, repressing, 630 & 690 MPa; carburizing, 900°C at C potential 0.85% for 180 & 360 min; tempering, 180°C for 60 min)

5.1 実験方法

KIP 4600ES に黒鉛を 0~0.4%, ステアリン酸亜鉛を 1% 添加し, 590~690 MPa で成形後, 75% H₂-25% N₂ 雰囲気中 1250°C で 60 min 焼結した。再圧縮は成形と同じ圧力で行った。熱処理は, 0.85% のカーボンポテンシャルの雰囲気中, 900°C で 180 または 360 min ガス浸炭後, 油中に焼入れ, 180°C で 60~120 min 焼もどした。引張試験には平行部の径が 8 mm の JIS4 号試験片を用いた。衝撃試験には平滑シャルビー試験片を用いた。

5.2 結果と考察

焼結材のガス浸炭では, 浸炭ガスは焼結体中の気孔を通じても芯部へ拡散するため, 密度の増加に伴い浸炭されにくくなり^{10,11)}, Fig. 8 に示したように芯部の硬さが低下する。しかし, KIP 4600ES は 0.4% 黒鉛添加でも Table 2 に示すように 7.36 Mg/m³ の高い再圧縮密度が得られるために, 密度増加による芯部 C 量の低下を補うことが可能である。0.4% 黒鉛添加により, 180 min 浸炭で引張強さ 1.28 GPa が得られ, 黒鉛無添加, 360 min 浸炭時よりも 25% 以上高くなる。0.4% 黒鉛添加, 360 min 浸炭では引張強さ 1.32 GPa が得られる。

Table 2 Properties of case-hardened compacts made from KIP 4600ES

Conditions*1		Properties			
Admixed graphite (%)	Final density (Mg/m³)	Carburizing time (min)	Tensile strength (MPa)	Absorbed energy*2 (J)	Hardness (HRC)
0	7.50	180	0.86	12	46
		360	1.04	10	52
0.4	7.36	180	1.28	13	47
		360	1.32	—	—

*1 Compacting: 690 MPa

Sintering: 75% H₂-25% N₂ at 1250°C for 60 min

Repressing: 690 MPa

Carburizing: 900°C, C potential 0.85%

Tempering: 180°C for 120 min

*2 Unnotched Charpy impact value

6 結 言

焼結体の再圧縮による高密度化および熱処理後の特性を, 新組成のブライロイ鋼粉 KIP 4600ES を中心に調べた。

- (1) 1% Ni-0.3% Cu-0.2% Mo 組成の KIP 4600ES は, 従来のブライロイ鋼粉より圧縮性に優れ, 焼結組織は軟らかいフェライトが主体のために, 再圧縮性も良好である。0.3% の黒鉛添加, 690 MPa の成形, 1250°C の焼結, 690 MPa の再圧縮により, 7.46 Mg/m³ の高密度となる。
- (2) 浸炭焼入れ材の転動疲労強度は密度依存性が大きい。KIP 4600 ES 焼結体の再圧縮と, 360 min の浸炭, 焼入れ焼もどしにより, 転動疲労強度は 3.14 GPa に達する。
- (3) 高密度材での, 浸炭深さの減少による強度低下は, KIP 4600 ES に黒鉛を添加することにより解消し, 0.4% の黒鉛添加により 1.3 GPa の引張強さが得られる。

今後, このような合金鋼粉の特徴を生かして, 従来の粉末冶金部品と焼結鍛造部品ないし溶製材との中間領域の密度をもつ, 高負荷用の新しい焼結部品が開発されるものと期待する。

参 考 文 献

- 1) D. W. Hall and S. Mocarski: "Update on P/M Automotive Application", *Int. J. Met. Powder Tech.*, **21** (1985) 2, 79
- 2) S. Mocarski and D. W. Hall: "P/M Parts for Automotive Applications", *Int. J. Powder Met.*, **23** (1987) 2, 109
- 3) E. J. Stefanides: "P/M System Makes Low Cost, UHD Parts", *Design News*, Sept. (1987), 103
- 4) M. T. Matty: "Heat Treatment Processes Applicable to PM Parts", *Metal Powder Rep.*, **37** (1982) 10, 511
- 5) "Hoeganaes Corporation (Riverton, New Jersey)": *Metal Powder Rep.*, **37** (1982) 6, 311
- 6) N. Dautzenberg and H. J. Dorweiler: "Possible Alloying Techniques for the Production of High-Strength Ni/Mo/Cu Heat-Treatable Steels", *Horizons of Powder Metallurgy*, Part 1, Verlag Schmid, (1986), 163
- 7) 小倉邦明, 阿部輝宜, 横石幸雄, 高城重彰, 峰岸俊幸, 初谷栄治: 「高圧縮性複合金鋼粉 KIP シグマロイの特性」, 川崎製鉄技報, **19** (1987) 3, 202
- 8) I. Bertilsson and B. Karlsson: "Dynamic Properties of Sintered Steel", *Powder Met.*, **30** (1987) 3, 183
- 9) 吉田 亨: 「表面硬化技術」, (1977), 110-113, [日刊工業新聞社]
- 10) G. F. Bocchini: "The Influence of Porosity on the Characteristics of Sintered Materials", *Int. J. Powder Met.*, **22** (1986) 3, 185
- 11) H. Ferguson: "Lindure: A Cost Effective Alternative to Carbo-nitriding for Improved Wear Resistance of Structural Components", *Metal Powder Rep.*, **42** (1987) 5, 376