

ベルト炉焼結で高疲労強度を実現する ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉

Molybdenum Hybrid-Alloyed Steel Powder for High Fatigue Strength Sintered Parts Using Mesh-Belt Sintering Furnace

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)
尾崎由紀子 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

要旨

ベルト炉焼結で高疲労強度を実現するハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を開発した。0.6mass% Mo プレアロイ鋼粉表面に、0.2mass%相当量の Mo を拡散付着させたハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結・浸炭熱処理材は、0.6mass% Mo プレアロイ鋼粉より高い疲労強度が得られる。ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた焼結体は、表面の Mo 高濃度部が α -Fe 相になるため焼結が促進し、プレアロイ系合金鋼粉より微細な気孔を有する。ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた焼結・熱処理材の高疲労強度は、微細な気孔形態に加え、気孔周囲への Mo の濃化により焼結ネックが強化されたことに起因するものと考えられる。

Abstract:

The fatigue strength of the sintered and carburized compact made of the Mo hybrid-alloyed steel powder, which is based on a 0.6 mass% Mo prealloyed steel powder to which 0.2 mass% Mo powder particles have been diffusion bonded, is higher than that of the 0.6 mass% Mo prealloyed steel powder. The sintered compact made of the Mo hybrid-alloyed steel powder has a finer pore structure than that of the Mo prealloyed steel powder, because the Mo-rich region near the surface of the Mo hybrid-alloyed steel powder should exist as the α -iron phase with a high diffusion coefficient at high temperature and result in enhanced sintering. Improvement in the fatigue strength of the sintered and carburized compact made of the Mo hybrid-alloyed steel powder should result from not only the fine pore structure but also the strengthening of the sintering neck by Mo concentration around pores.

1. はじめに

鉄系粉末冶金製品の主要な用途は、自動車を中心とする輸送機械部品であり、国内生産量の約 90% を占める¹⁾。自動車エンジンの小型化、低騒音化にともない、高面圧、高応力の過酷な条件下で使用される自動車用焼結部品が増えており、高い疲労強度（面圧疲労、曲げ疲労）が要求されている。

鉄系焼結部品において高い疲労強度を得るには、疲労破壊の起点となる気孔の低減、微細化および球状化が有効であることが知られている²⁾。2回成形2回焼結³⁾、あるいは温間金型潤滑成形⁴⁾などの工法による気孔の低減、トレープッシャー炉を用いた高温焼結（1200℃以上）における拡散促進による気孔の微細化・球状化⁵⁾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。

これらの課題を解決するために、一般的な高生産性の焼結炉（メッシュベルト炉）の焼結条件で、高疲労強度の焼結体を実現でき、1200℃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、Cr や Mn などに比べ酸素との親和力が低く、原料粉の製造工程および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く、浸炭焼入れなどの熱処理時に硬化しやす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^{6,7)}。

一方、Mo は鉄に約 2.9mass%（約 1.7 at%）（以下、mass% を % と記す）以上含有させると、焼結温度の 1130℃でも α -Fe 相が生成する⁸⁾。 α -Fe 相は γ -Fe 相に比べ 100 倍程度、鉄の自己拡散係数が大きい⁹⁾ ことから、 α -Fe 相を形成するような量の Mo を含有する合金鋼粉では、拡散係数の

大きい α -Fe 相の効果により、焼結拡散が促進することが報告されている^{10, 11)}。たとえば、Fe-3.5% Mo プレアロイ粉では、Fe-1.5% Mo プレアロイ粉に比べ、1 100 ~ 1 200°C で焼結が促進すると報告されている¹⁰⁾。また、純鉄粉に Fe-60% Mo 微粉を添加した系では、Mo が 4% 以上の高濃度になると、焼結が促進すると報告されている¹¹⁾。ただし、プレアロイ型合金鋼粉で α -Fe 相を生成するほどの多量の Mo を含有させると、固溶硬化により合金鋼粉粒子の塑性変形能が低下するため、加圧成形後の圧粉密度が低下し高密度化（気孔の低減）が困難となる。一方、純鉄粉と Mo 含有粉末を混合した系では、焼結後の Mo 濃度分布が不均一となり、低硬度と高硬度の組織が混在する著しく不均一な焼結体組織になる。これらは、いずれも疲労強度低下の要因となると考えられる。

そこで、JFE スチールは、プレアロイ型合金鋼粉中に固溶させる Mo 濃度を低減し、固溶硬化による圧粉密度の低下を防止するとともに、焼結拡散の場となるプレアロイ粉粒子の表面に、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方で、Mo 系プレアロイ鋼粉表面に Mo を拡散付着させた高疲労強度焼結部品用ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉¹²⁾を開発した。ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉「JIP® AH6020」の粒子構造模式図を **図 1**

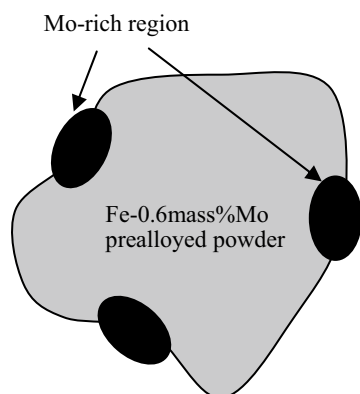


図 1 ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉「JIP® AH6020」の粒子構造模式図

Fig.1 Schematic illustration of particle structure of the Mo hybrid-alloyed steel powder “JIP® AH6020”

に示す。「JIP® AH6020」は、Fe-0.6%Mo プレアロイ鋼粉表面に、全鋼粉重量に対し 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ハイブリッド型合金鋼粉である。

本論文では、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いて、メッシュベルト炉で焼結した焼結—熱処理材の特性について述べる。

2. 試料および実験方法

2.1 原料粉

表 1 に示すハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉「JIP® AH6020」「JIP® AH4515」（以下、AH6020, AH4515）およびプレアロイ型 0.6% Mo 合金鋼粉（以下、0.6% Mo）をベース粉として用いた。その他の原料として、天然黒鉛粉（日本黒鉛工業（株）製、平均粒径 4 μ m）および 3 種類の潤滑剤 JWAXB (KWAXB)¹³⁾、HDX¹⁴⁾ および JW-WAX (KW-WAX)¹⁵⁾ を用いた。JWAXB は流動性に優れた室温成形に適したワックス系潤滑剤である。HDX は、少ない潤滑剤量で潤滑性を発揮し、粉末は室温で、金型は量産成形時の温度（60°C 程度）で高密度化が可能な潤滑剤である。JW-WAX は、粉末、金型ともに 130°C 程度に加熱する温間成形に適した潤滑剤である。配合組成は **表 2** に示す。

表 1 ハイブリッド型およびプレアロイ型 Mo 系合金鋼粉の化学成分

Table 1 Chemical compositions of Mo hybrid-alloyed and the prealloyed steel powders

Grade	Mo content(mass%)		
	Prealloy	Diffusion alloy	Total
Hybrid (AH6020)	0.59	0.20	0.79
Hybrid (AH4515)	0.45	0.15	0.60
Prealloy (0.6 mass% Mo)	0.59	—	—

表 2 配合組成と成形条件

Table 2 Compositions and compacting conditions

Symbol	Composition			Compacting condition		
	Graphite content (mass%)	Lubricant	Lubricant content (mass%)	Compacting temperature		Compacting pressure (MPa)
				Powder	Die	
CC	0.3	JWAXB	0.8	R.T.	R.T.	690
HD	0.3	HDX	0.5	R.T.	60°C	690
WC	0.3	JW-WAX	0.6	130°C	130°C	690

CC: Cold compaction HD: Heated die compaction
WC: Warm compaction R.T.: Room temperature

2.2 試験片作製条件

表2に示す黒鉛粉と潤滑剤を添加し、黒鉛偏析防止処理を行いつつ混合した。それらの混合粉を表2に示す成形条件で成形した後、メッシュベルト炉を用いて、吸熱型ガス中、1130℃、20 minの条件で焼結した。その後、浸炭熱処理（浸炭：900℃、60 min、カーボンポテンシャル0.8%、焼入れ：60℃油中、焼もどし：180℃、60 min）を行った。

2.3 評価方法

密度はアルキメデス法により測定した。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。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用い、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10⁷回において、半数以上の試験片が破壊しない応力として求めた。組織観察は、焼結体切断研磨面を3%硝酸アルコール溶液（硝酸3 ml に対しエタノール100 mlを混合したもの）で腐食した後、光学顕微鏡を用いて行った。気孔性状の観察は、焼結体切断研磨面を腐食せずに、光学顕微鏡を用いて行った。

3. 実験結果

AH6020, AH4515 および 0.6% Mo を用いた焼結浸炭材の焼結密度と引張強度の関係を図2に示す。AH6020の焼結密度は、通常の室温成形に比べ、金型を60℃に加熱する成形方法により約0.1 Mg/m³、粉末と金型をともに130℃に加熱

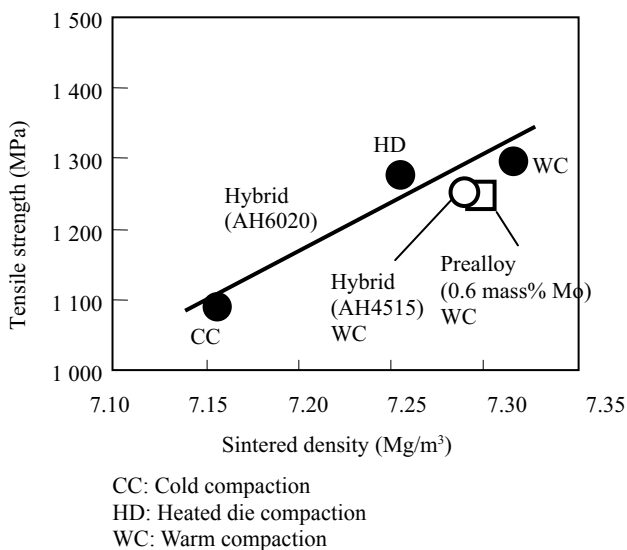


図2 焼結浸炭熱処理材の焼結密度と引張強度の関係

Fig. 2 Relationship between sintered density and tensile strength of the sintered and carburized compacts made of Mo hybrid-alloyed and prealloyed steel powders

する温間成形により約0.15 Mg/m³向上する。AH6020を用いた焼結浸炭材（以下、AH6020焼結材）の引張強度は、密度が高くなるほど高くなり、焼結密度7.3 Mg/m³で1300 MPaの引張強度が得られる。同じ密度で比較すると、AH6020焼結材が、AH4515, 0.6% Moを用いた焼結浸炭材（以下、0.6% Mo焼結材）とほぼ同等か、わずかに高い引張強度が得られる。

AH6020, AH4515 および 0.6% Mo を用いた焼結浸炭材の焼結密度と回転曲げ疲労強度の関係を図3に示す。AH6020

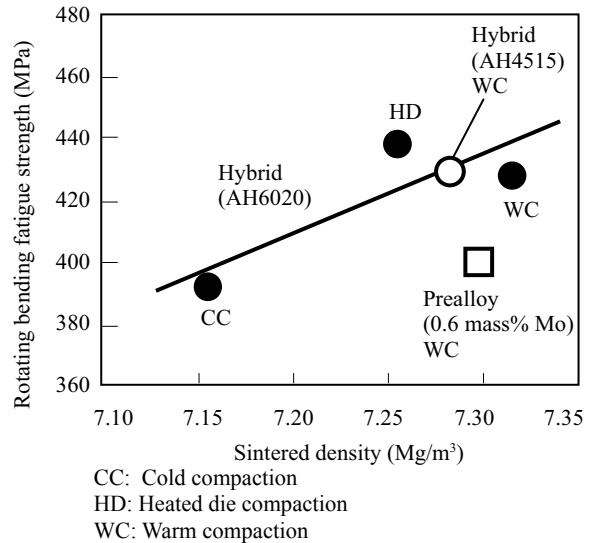


図3 焼結浸炭熱処理材の焼結密度と回転曲げ疲労強度の関係

Fig. 3 Relationship between sintered density and rotating bending fatigue strength of the sintered and carburized compacts made of Mo hybrid-alloyed and prealloyed steel powders

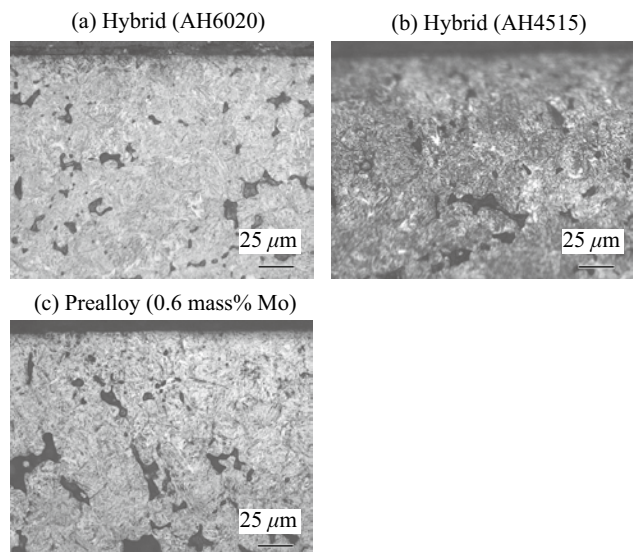


写真1 温間成形-焼結浸炭熱処理材の組織

Photo 1 Cross-sectional microstructure of the sintered and carburized compacts made of Mo hybrid-alloyed and prealloyed steel powders

焼結材の回転曲げ疲労強度は、引張強度と同様に、密度が高くなるほど高くなる傾向にあり、焼結密度 7.3 Mg/m^3 で 430 MPa の回転曲げ疲労強度が得られる。AH4515 焼結材は、AH6020 焼結材とほぼ同等の値が得られる。これらは、従来 4% Ni 系拡散合金鋼粉の高温焼結浸炭熱処理材の $410 \text{ MPa}^{16)}$ より高い値である。AH6020 および AH4515 焼結材は、0.6% Mo 焼結材と比べると、同じ密度で比べても高い回転曲げ疲労強度が得られる。

AH6020, AH4515 および 0.6% Mo を用いて温間成形により作製した焼結浸炭材の表面部の断面組織を写真 1 に示す。AH6020 および AH4515 焼結材の組織は、0.6% Mo 焼結材とほとんど大差なく、ほぼ均一な焼もどしマルテンサイト組織を示す。

4. 考察

図 3 に、同じ密度で比べても、ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉で製造した焼結浸炭材 (AH6020 および AH4515 焼結材) のほうが、プレアロイ型 Mo 合金鋼粉で製造した 0.6% Mo 焼結材より疲労強度が高いことを示した。本章では、AH6020 焼結材の高疲労強度の原因を考察する。

AH6020 および 0.6% Mo を用いて作製した成形体の 900°C における X 線回折結果を図 4 に示す。0.6% Mo は γ -Fe 単相であるのに対し、AH6020 では γ -Fe 相と α -Fe 相が検出される。したがって、AH6020 の粒子表面の Mo 高濃度部が、高温で α -Fe 相として存在しているものと考えられる。

AH6020 および 0.6% Mo を用いて作製した成形体の焼結時 (1130°C , 20 min, 吸熱型ガス中) の寸法変化挙動を接触型熱膨張測定装置で測定した結果を図 5 に示す。(a) は全体の寸法変化挙動, (b) は 950°C 以上の高温での寸法変化挙動を拡大した図である。AH6020 のほうが、0.6% Mo に比べ、 900°C 付近の α - γ 変態にともなう収縮量が少なく、全体が γ -Fe 相に変態せず、 α -Fe 相が残留していることが分かる。また、0.6% Mo に比べ、AH6020 の昇温時の $1000 \sim$

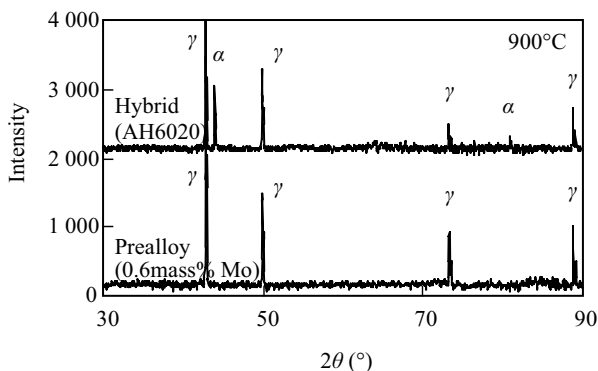


図 4 高温 X線回折結果

Fig.4 Results of high temperature X-ray diffraction of the green compacts made of Mo hybrid-alloyed and prealloyed steel powders

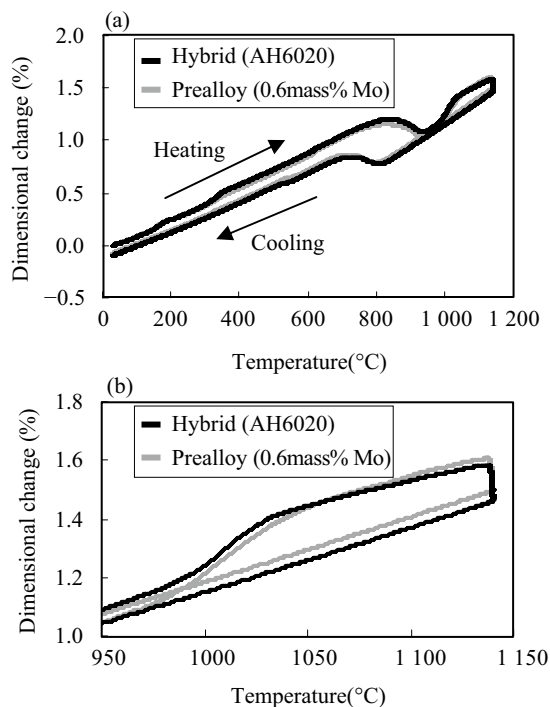
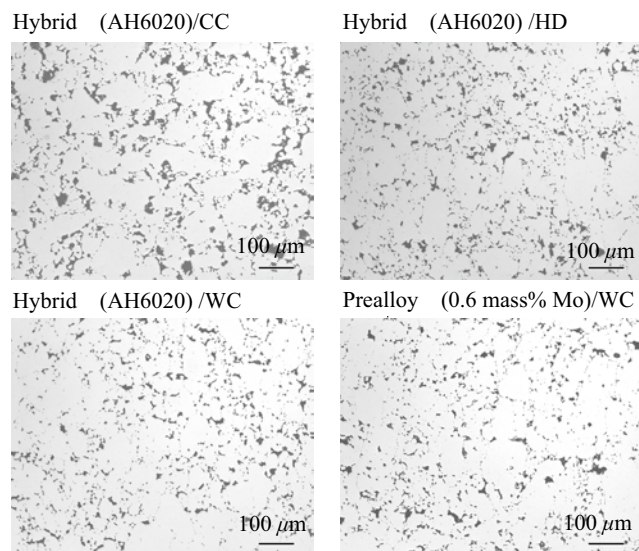


図 5 焼結時の寸法変化挙動 ((a)全体, (b) 950°C 以上の高温部)

Fig.5 Sintering behavior of Mo hybrid-alloyed and prealloyed steel powders ((a)Full range, (b)High temperature range)

1130°C までの膨張曲線の傾きが約 18% 小さく、焼結保持の収縮量が約 14% 大きくなっており、焼結初期および焼結保持時に焼結拡散が促進されていると考えられる。

焼結浸炭熱処理材の気孔形態を写真 2 に示す。これらの写真の画像解析により、全体の気孔および $20 \mu\text{m}$ 以上の円



CC: Cold compaction
HD: Heated die compaction
WC: Warm compaction

写真 2 焼結浸炭熱処理材の気孔形態

Photo 2 Cross-sectional pore structure of the sintered and carburized compacts made of Mo hybrid-alloyed and prealloyed steel powders

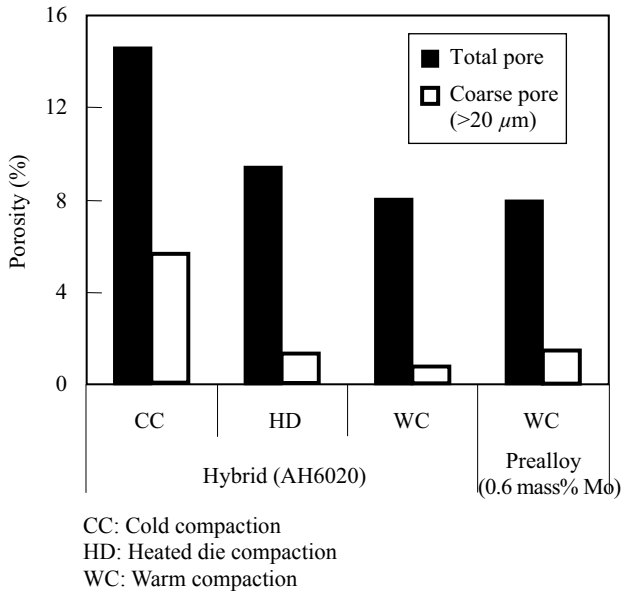


図 6 焼結浸炭熱処理材の全体気孔率および 20 μm 以上の粗大気孔率

Fig.6 Amount of total and coarse pores over 20 μm of the sintered and carburized compacts made of Mo hybrid-alloyed and prealloyed steel powders

相当径を有する粗大気孔の面積率を算出した結果を図 6 に示す。AH6020 焼結材の全体の気孔率は、高密度成形法により密度を高くするほど少なくなる。同じ温間成形材で比べると、AH6020 焼結材における全体の気孔率は 0.6% Mo 焼結材のそれとほぼ同じ量であるが、粗大気孔率は 0.6% Mo 焼結材より少ない。これは、AH6020 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 $\alpha\text{-Fe}$ 相となり、焼結が

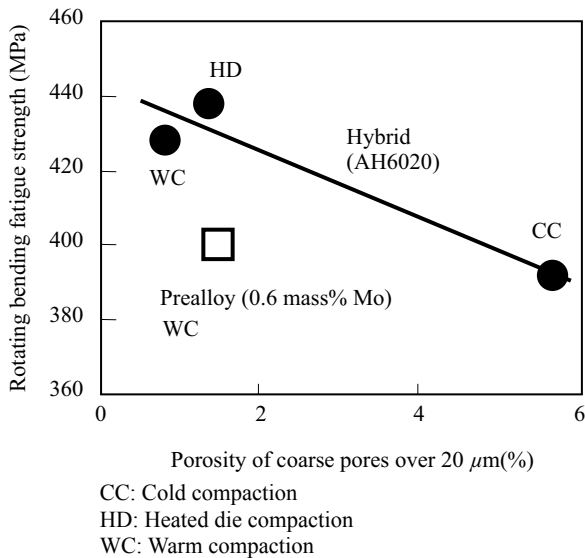


図 7 20 μm 以上の粗大気孔率と回転曲げ疲労強度の関係

Fig.7 Relationship between rotating bending fatigue strength and porosity of coarse pores over 20 μm of the sintered and carburized compacts made of Mo hybrid-alloyed and prealloyed steel powders

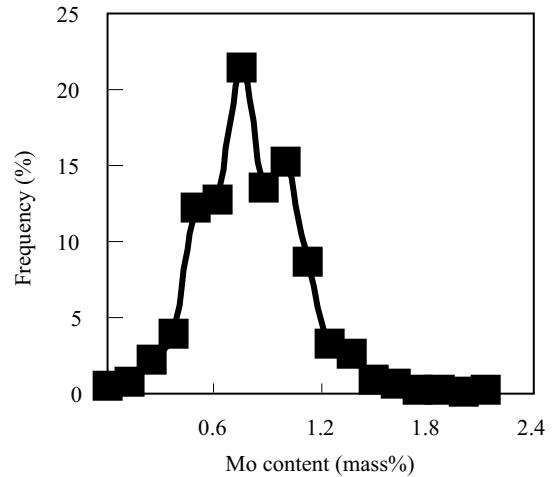


図 8 EPMA (電子線マイクロアナライザ) により算出したハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉の焼結体の Mo 濃度分布

Fig.8 Molybdenum content distribution in the sintered compact made of the Mo hybrid-alloyed steel powder calculated by electron probe micro analyzer (EPMA) area analysis

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。

粗大気孔率と回転曲げ疲労強度の関係を図 7 に示す。粗大気孔が少なくなるほど、疲労強度は向上する。AH6020 焼結材は、同程度の粗大気孔率でも、0.6% Mo 焼結材より高い疲労強度が得られる。したがって、粗大気孔率だけでは、AH6020 焼結材の高疲労強度の説明がつかない。

EPMA (電子線マイクロアナライザ) により測定した Mo 特性 X 線強度を基に算出した AH6020 焼結材の試料断面の Mo の濃度分布を図 8 に示す。Mo の濃度は、AH6020 の Mo の平均含有量である 0.8% にピークを持つ分布を示す。これは、AH6020 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と考えられる。Mo 濃化部の Mo 濃度は、最大 2% 程度である。Mo が 0.8% 以上に濃化した領域の面積率は 4 割を超える。気孔周囲にある Mo 濃化部は、Mo の固溶硬化により基地部より強度が高いと考えられる。したがって、AH6020 焼結材では、気孔周辺への Mo の濃化により焼結ネックが強化されたことも、疲労き裂の発生および伝播を抑制し高疲労強度を発現させた一因と考えられる。

以上の結果から、AH6020 焼結材の高い回転曲げ疲労強度は、粗大な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。

5. おわりに

Mo 系プレアロイ鋼粉表面に Mo を拡散付着させた高疲労強度焼結部品用ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を開発した。0.6% Mo プレアロイ鋼粉表面に Mo を 0.2% 拡散付着させたハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉「JIP® AH6020」の焼結浸炭材の疲労強度を 0.6% Mo プレアロイ鋼粉と比較して調べた

主要な結果を以下に示す。

- (1) ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた焼結浸炭材の回転曲げ疲労強度は、Mo プレアロイ鋼粉より高い値が得られ、焼結密度 7.3 Mg/m^3 で 430 MPa の回転曲げ疲労強度が得られた。
- (2) ハイブリッド型 Mo 系合金鋼粉を用いた焼結浸炭材の高い回転曲げ疲労強度は、Mo プレアロイ鋼粉に比べ、粗大な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高疲労強度が得られるという特長が評価され、自動車部品数点に採用されている。高疲労強度焼結部品の製造コスト低減に多大な貢献をしており、今後、さらに用途が拡大していくものと期待している。

参考文献

- 1) 平成 20 年度日本粉末冶金工業年報. 2009, p. 8.
- 2) Lindqvist, Bjorn. Metal Powder Report. 1989-06, p. 443.
- 3) 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. 1989, vol. 21, no. 3, p. 250.
- 4) 宇波繁, 尾崎由紀子, 上ノ蘭聡. JFE 技報. 2005, no. 7, p. 6.
- 5) Unami, Shigeru; Uenosono, Satoshi. Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials. MPIF, Part 10, 2004, p. 10. 254.
- 6) Lindqvist, Bjorn. Proceedings of World Congress on Powder Metallurgy. 1990, no. 2, p. 170.
- 7) Milligan, Dave; Engstrom, Ulf; Lingenfelter, Jim; Dizdar, Senad; Nyberg, Ingallil. SAE Paper. 2003-01-0338, p. 1.
- 8) Kubaschewski, Ortrud. Iron-Binary Phase Diagrams. Springer-Verlag, 1982, p. 66.
- 9) Buffington, F. S.; Hirano, K.; Cohen, M. Acta Metallurgica. 1961, vol. 9, p. 434.
- 10) Schoeler, Annett; Bleck, Wolfgang; Link, Rainer. Steel Research. 2000, vol. 71, no. 1+2, p. 44.
- 11) 宇波繁, 林宏爾. 粉体および粉末冶金. 1997, vol. 44, p. 765.
- 12) 宇波繁, 尾崎由紀子. まてりあ. 2007, vol. 46, p. 93.
- 13) 上ノ蘭聡, 杉原裕, 小倉邦明. 川崎製鉄技報. 1999, vol. 31, no. 2, p. 139.
- 14) 尾崎由紀子, 尾野友重, 宇波繁. JFE 技報. 2005, no. 7, p. 1.
- 15) 尾崎由紀子, 宇波繁, 上ノ蘭聡. 川崎製鉄技報. 2001, vol. 33, no. 4, p. 170.
- 16) 古君修, 矢埜浩史, 高城重彰. 粉体および粉末冶金. 1991, vol. 38, p. 18.



宇波 繁



尾崎由紀子