U. D. C. 669. 15' 24-138. 8. 017 : 621. 762. 82

高密度焼結Ni鋼ならびにNi-Mo鋼の機械的性質

The Mechanical Properties of the High Density Sintered Ni Steels and Ni-Mo Steels

鎌田充也* 安藤寿* 早坂忠郎**
Atsuya Kamada Hisashi Andô Tadao Hayasaka

要旨

焼結材料の靭性（じんせい）を高める手段として，焼結体を高温で再圧縮し，密度比を99%以上とする方法を開発した。この方法で作られた焼結Ni鋼およびNi-Mo鋼は従来の手法で作られる焼結鋼よりも機械的性質が著しくすぐれており，溶製鍛造材に近い値を有する。

1. 緒言

一般に焼結材料は密度を高めることによって機械的性質を改善することはできるが，どこまで密度が高められるかということになると，従来の手法では技術的にも経済的にも大きな壁があった。筆者らは焼結材料の高密度化処理の新しい手法として，焼結体を高温で再圧縮する手法を考案し，この手法をHS処理（High Strengthening Treatment）と名付け発表した(1)~(3)。

本報告は，この手法を応用した高密度焼結鋼のうち，Ni鋼およびNi-Mo鋼の機械的性質を紹介するものである。

2. 試料および実験方法

2.1 原料粉

表1は実験に使用した原料粉の性状を示したものである。Fe粉は製鋼工場の圧延ミルスケールを還元粉砕したもの，Ni粉はカーボニルニッケルを還元したものである。合金粉はいずれもアトマイズ粉である。これらの粉末はいずれもCが0.03%以下であり焼結にあたって加炭の必要がある。C源として43μ以下の鱗（リン）片状天然黒鉛を混合して使用した。

2.2 HS処理条件の検討

Fe粉，Ni粉および黒鉛粉をそれぞれ100：3：0.4の割合に混合した粉末を30ϕ×20lに成形し，1,150℃×1h焼結したのち，900～1,200℃（H_2中）に5～10分加熱し，炉から取り出して圧力5～15 t/cm^2，ラム速度9 m/sで再圧縮した。

2.3 Ni鋼

Fe粉，Ni粉および黒鉛粉を前項で述べたような割合で秤（ひょう）量し，これにステアリン酸亜鉛を1%添加し，V形混合機（容量5l）で45分間混合した。1回の混合重量は10 kgである。この粉末を約6 t/cm^{2}で成形し1,150℃×1h焼結した。焼結はメッシュベルト式の連続焼結炉，ブタン変成ガスふん囲気中で行なわれた。

得られた焼結体を1,100℃に加熱（H_2中）したのち炉から取り出し，HS処理し密度7.7 g/cm^{3}以上にした。また，比較のため再圧縮再焼結法によって密度7.4 g/cm^{3}の焼結体を作製した。

これらの試料を850℃×0.5h加熱したのち油焼入れを行ない，さらに150℃×1h焼もどしを行なって機械的性質を測定した。引張試験片の形状は，平行部32mm，幅5.7mm，厚さ5mmのASTM形試験片，また衝撃試験片にはJIS 3号試験片を使用した。

2.4 Ni-Mo鋼

アトマイズ粉は圧縮性を高めるためCを少なくするのが普通である。そこで黒鉛粉を0.3～0.5%添加し，らいかい機で15分間混合した。この粉末を52 g秤量し10×60 mmのフローティングダイを使用し6 t/cm^{2}で成形し1,100～1,300℃×1h焼結した。焼結にはAl_2O_3と黒鉛の混合粉末中に試料を埋め込んで，H_2ふん囲気を使用した。

得られた焼結体をNi鋼と同様の条件でHS処理を行ない，800～900℃×0.5h加熱後油焼入れし200℃×1h焼もどしを行なって機械的性質を測定した。引張試験には平行部1.5 mmϕ×15 mm$l$の微小引張試験片を，また衝撃試験にはJIS 3号試験片を使用した。

3. 実験結果および検討

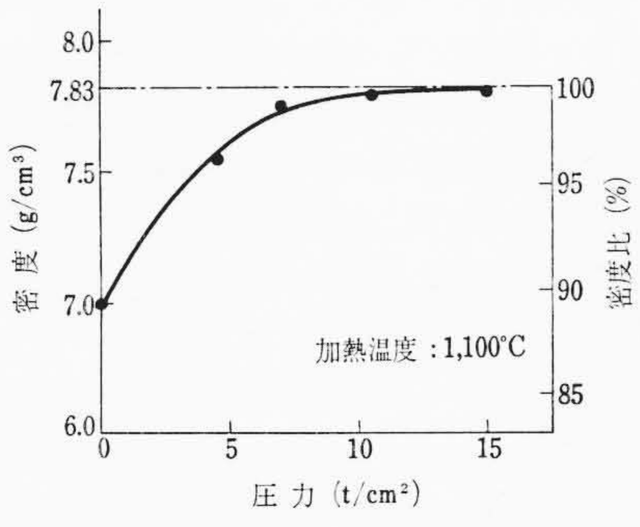
3.1 0.15%C-3% Ni鋼のHS処理とその効果

図1は密度7.0 g/cm^{3}の焼結体を1,100℃に加熱し，圧力5～15 t/cm^{2}で再圧縮した結果を示したものである。図から明らかなように圧力7 t/cm^{2}以上で，密度比99%以上の焼結鋼が得られる。

図2はHS処理した焼結鋼の気孔率，かたさおよび衝撃強さに及ぼす素材加熱温度の影響を示したものである。図中点線はHS処理後1,150℃×1h再焼結した結果の値である。気孔率は素材加熱温度の上昇とともに減少し1,100℃以上で0.5%以下となり，光学顕微鏡で空孔を観察することはできない。また再焼結しても気孔率は変化しない。かたさはHS処理のままでは素材加熱温度の上昇とともに

表1 原料粉の性状

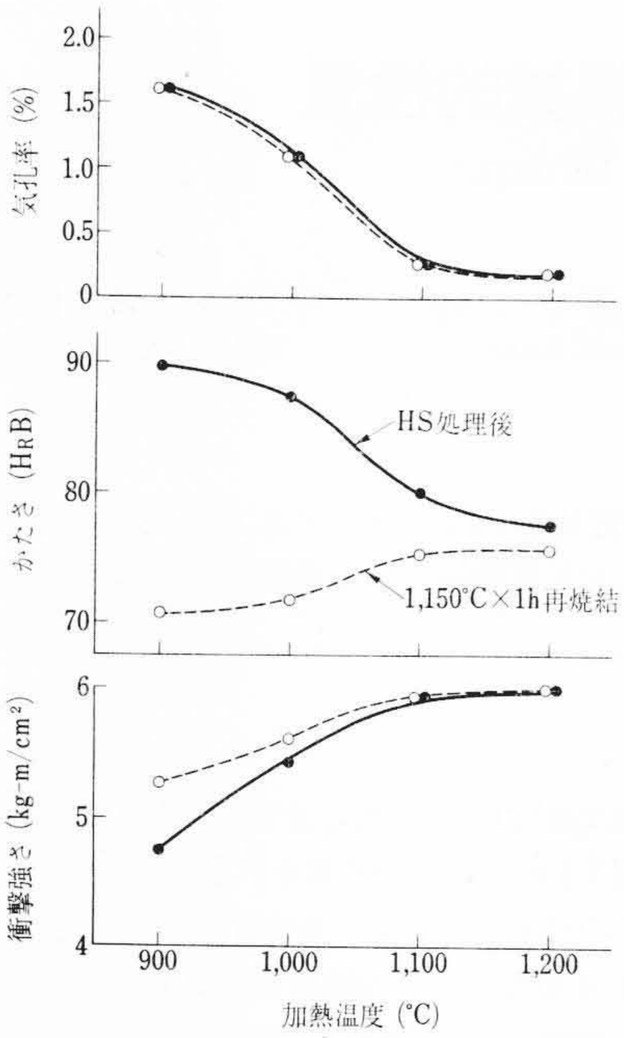
		成分（%） C	Si	Mn	Ni	Mo	Fe	粒度 (mesh)	還元減量 (%)	流動度 (s/50 g)	見掛容度 (g/cm^2)	備考
金属粉	Fe	0.01	0.07	0.36	—	—	—	−100	0.27	26.6	2.67	Ni鋼用
金属粉	Ni	0.1	—	—	—	—	0.1	4~7 μ	—	—	—	Ni鋼用
合金粉		0.02	0.02	0.15	1.62	0.48	—	−100	0.1	23.2	3.09	Ni-Mo鋼用



(0.15% C-3% Ni鋼)

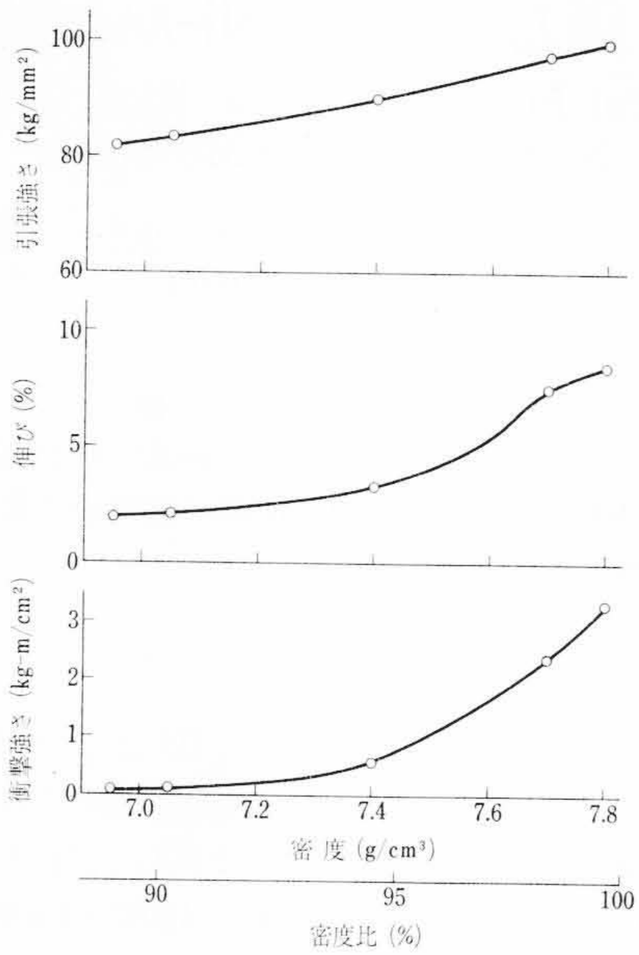
図1 密度と圧力との関係

* 日立製作所日立研究所
** 日立粉末冶金株式会社松戸工場



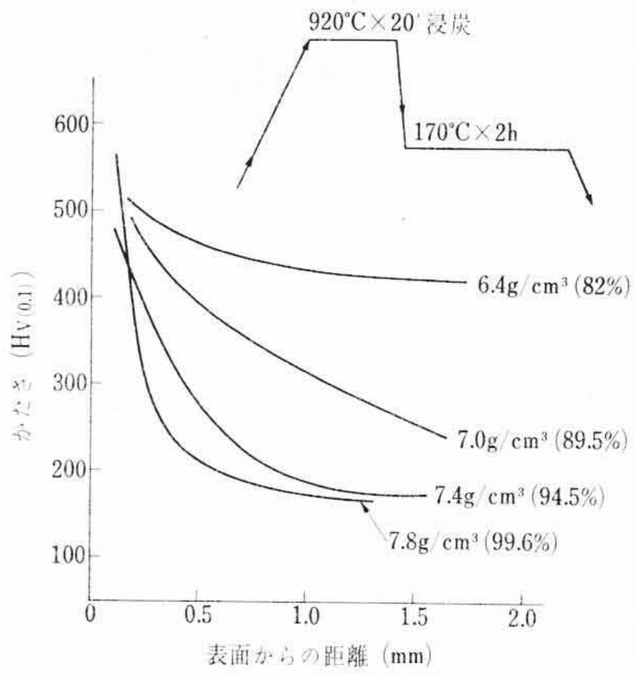
(0.15% C-3% Ni 鋼)

図2　気孔率，かたさ，衝撃強さに及ぼす素材加熱温度の影響



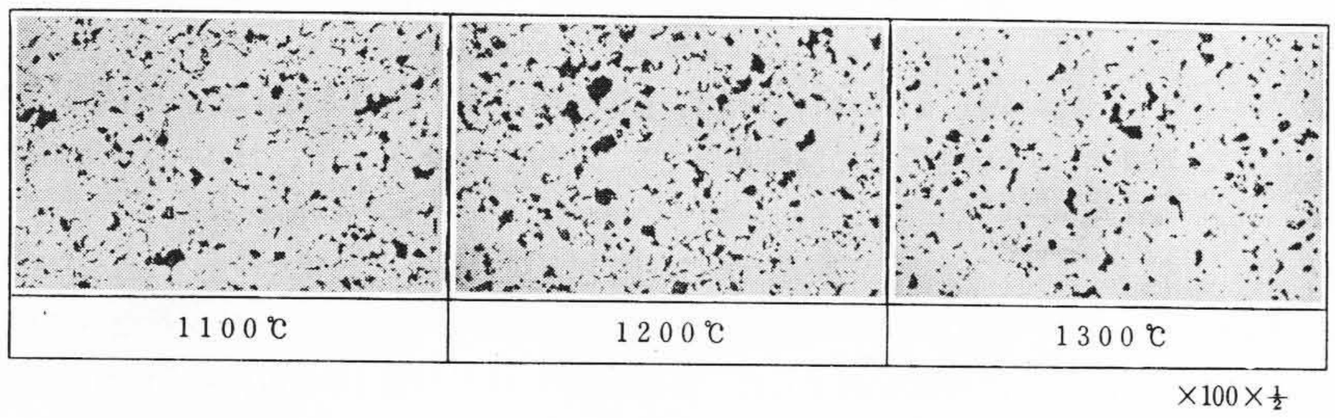
(0.15% C-3% Ni 鋼)

図3　機械的性質に及ぼす密度の影響



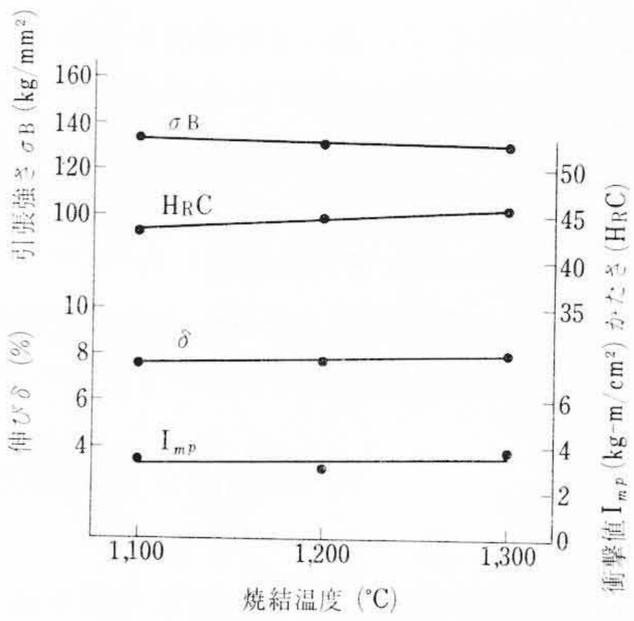
(0.15% C-3% Ni 鋼)

図4　浸炭焼入れ後のかたさ分布に及ぼす焼結密度の影響



(焼結時間 1h)

図6　焼結空孔の分布状況に及ぼす焼結温度の影響



成分(%)　C：0.31，Ni：1.62，Mo：0.48
成　形　6 t/cm²
HS　1,100℃，18 t/cm²
熱処理　焼入れ　900℃×0.5h→0.Q
　　焼もどし　200℃×h →空冷

図5　高密度 Ni-Mo 焼結鋼の機械的性質に及ぼす焼結温度の影響

低下する傾向にあり，再焼結後は増加の傾向を示している。これは素材加熱温度の低いほど加工硬化が大きく，再焼結によって軟化したためであろう。衝撃強さは素材加熱温度の上昇とともに増加の傾向を示している。1,100℃以上では再焼結しても衝撃強さは変化しないが，1,000℃以下では再焼結の値は著しく増大する。これは再焼結による軟化のためである。

このようにHS処理は，1回の再圧縮で理論密度に近づけることが可能である。ただ図2にみられるようにHS処理によって得られる衝撃強さが最高6 kg•m/cm² 程度で一般の溶製鋼材に比べて小さい値となるのは，原料Fe粉がミルスケール還元粉のためSi，Mnがすべて酸化物として混入しており非金属介在物が非常に多いことによるものである[2][3]。したがって非金属介在物の少ないFe粉を使用すれば，焼鈍状態の衝撃強さはかなり向上するはずである。また非金属介在物の種類によっては再焼結によって形状が球形となり衝撃強さを向上させることが可能である[4]。

図3はNi鋼（850℃×0.5 h油焼入れ，150℃×1 h焼もどし）の機械的性質に及ぼす密度の影響を示したものである。この結果によれば，密度の増加とともに引張強さは直線的に向上し，伸びおよび衝撃強さはHS処理によって著しく向上することが知られる。特に衝撃強さの向上が著しく，再圧縮再焼結品が0.5 kg•m/cm² 程度であるのに対し，HS処理材は3 kg•m/cm² の値を示している。

図4は浸炭焼入れしたNi鋼の浸炭層のかたさ分布を示したものである。密度7.0 g/cm³ 以下では内部まで浸炭硬化しており，密度が増大すると浸炭層が明りょうになってくる。焼結品を浸炭するとガスは空孔に浸入して空孔を介して浸炭するため作業条件を確立することが非常にむずかしいが，HS処理によって空孔がほとんど消滅すると浸炭は一般の溶製鋼材と同様に扱うことができる。

3.2　高密度 1.5% Ni-0.5% Mo 焼結鋼の機械的性質

図5はHS処理したNi-Mo鋼の機械的性質におよぼす焼結温度の影響を，図6はHS処理素材の空孔分布状態を示したものである。焼結体の機械的性質は焼結の進行（第1～第3段階）と密接な関係があるとされている[5]。

図6に見られるように本実験の焼結温度は第1段階および第2段階にあり，したがってこのような状態にある焼結体の機械的性質は焼結温度によって大きく変化するが，HS処理後は焼結温度が変わっても機械的性質に変化はみられない。これはHS処理によって緻(ち)密化したのちに残存するごく少量の空孔形状は素材の焼結条件に無関係に同一形状を呈していることを物語っている。密度比99%以上に緻密化したのち，再焼結しても機械的性質に変化がみられないことを図2で述べたが，図2で採用した再焼結温度は焼結の第1段階に相当する温度であり，空孔の形状に変化がなかったのではないかと思われる。したがって再焼結温度を第2段階の温度域に上昇させれば機械的性質に変化が生ずるはずである。しかしな

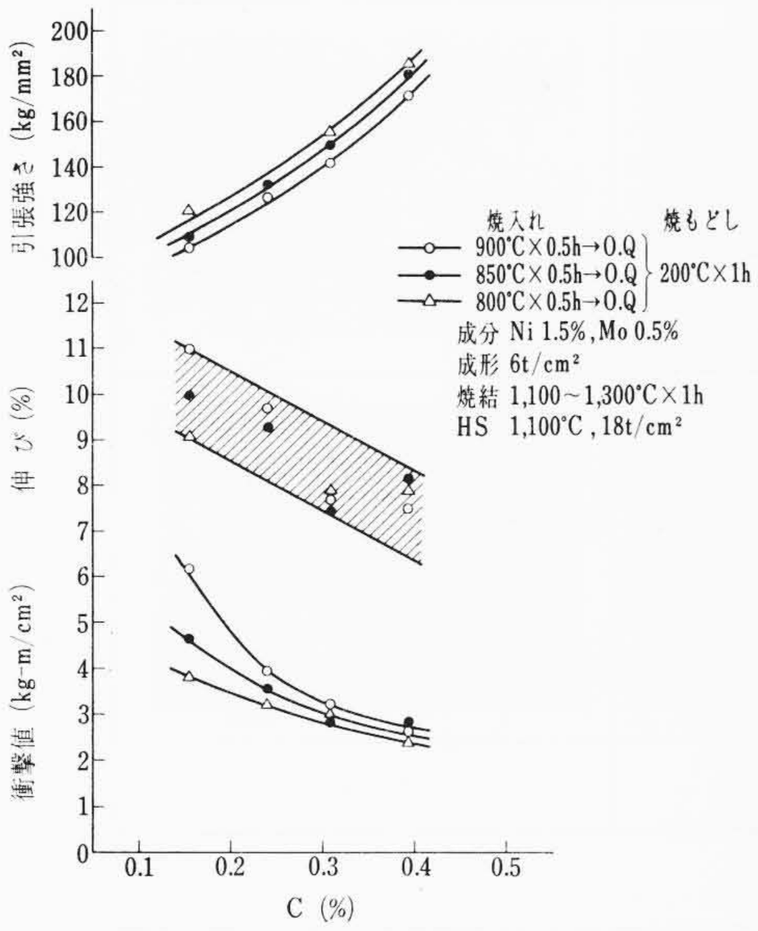
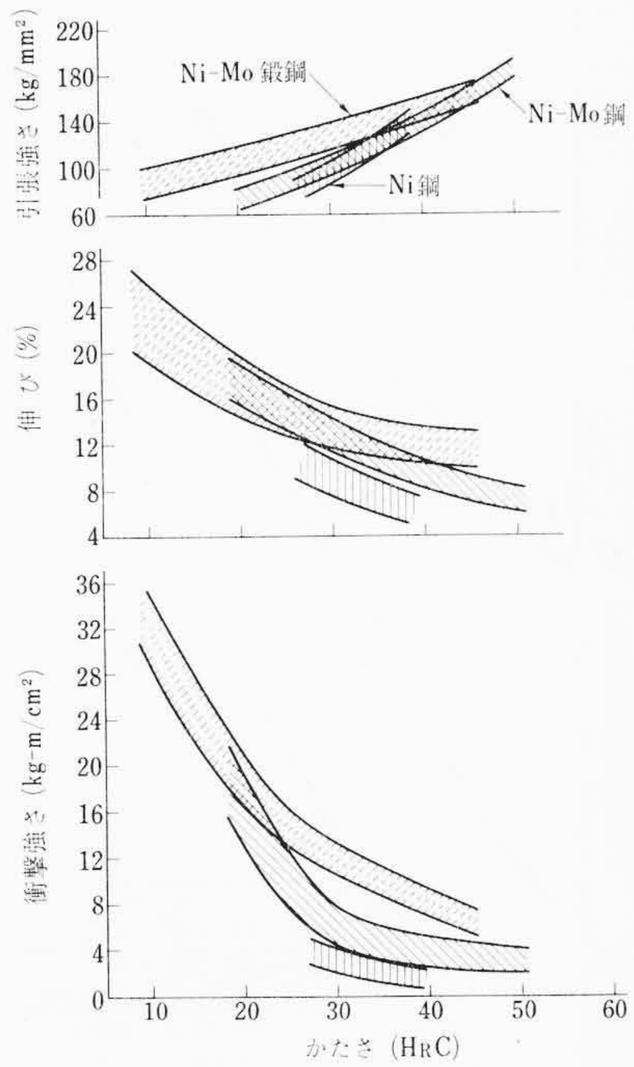


図 7　高密度 Ni-Mo 焼結鋼の機械的性質に及ぼす C の影響

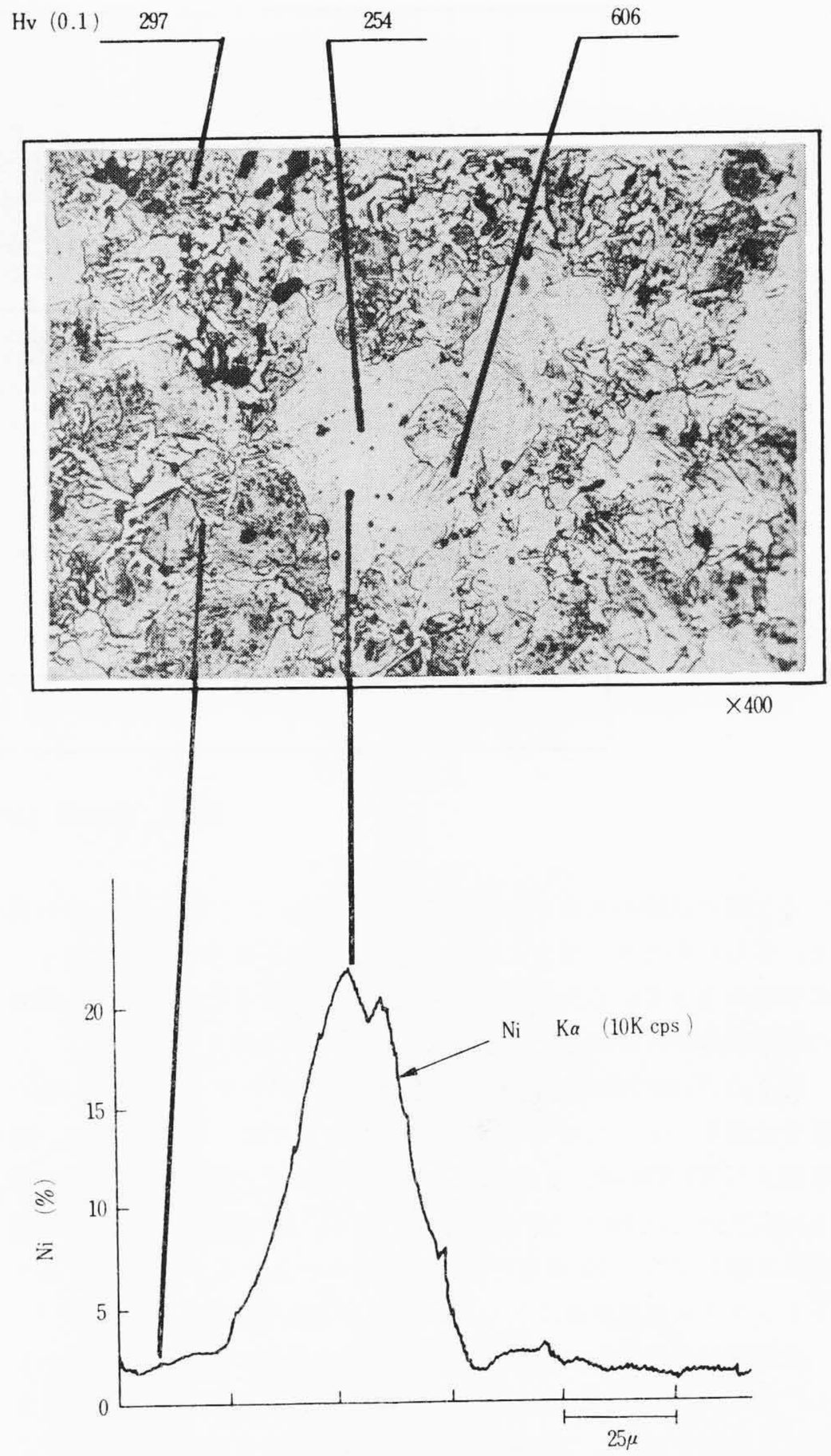


鋼種	成分 (%) C	Ni	Mo	熱処理 焼入温度 (℃)	焼もどし (℃×h)
Ni-Mo 鋼	0.1～0.4	1～4	0.2～0.5	800～900	200×1
Ni 鋼	0.15～0.15	2～3	——	850	150×1
Ni-Mo鍛鋼	0.2	1～4	0.2～0.3	750～900	150～200×1
				900	650×0.5

図 8　高密度焼結鋼と溶製鍛造材との比較

がら，HS 処理した鋼の第 3 段階開始温度が低下し，このためオーステナイト結晶粒の成長が著しく，むしろ衝撃強さは低下する傾向がみられ[4]，HS 処理本来の目的である靭性改善とは相反する結果となる。

図 7 は機械的性質に及ぼす C の影響を示したものである。C が増加すると引張強さは上昇し，伸びおよび衝撃強さは低下の傾向を示している。また焼入温度 800～900℃ の範囲では，引張強さと伸びは焼入温度の影響が明らかでないが，衝撃強さは低 C 側で明りょうな相違がみられ，焼入温度の高いほど衝撃強さが大となる。

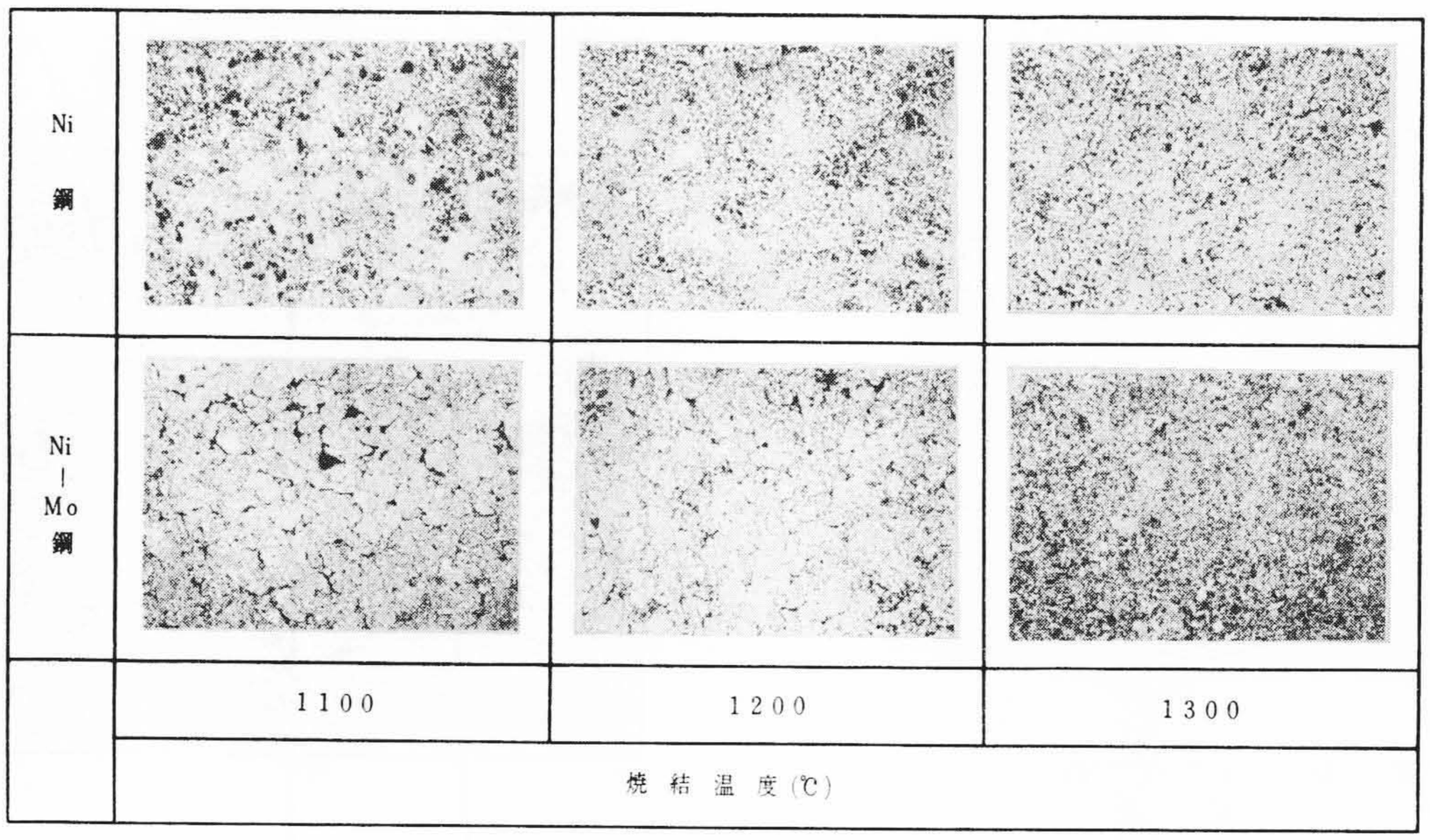


(850℃×0.5 h → 油焼入れ，150℃×1 h → 焼もどし)

図 9　0.15% C-3% Ni 鋼の顕微鏡組織および EPMA による Ni の線分析結果

3.3　HS 処理した Ni 鋼と Ni-Mo 鋼との比較

図 8 は HS 処理した Ni 鋼および Ni-Mo 鋼ならびに溶製 Ni-Mo 鋼の機械的性質をかたさで整理した結果である。Ni 鋼は Ni-Mo 鋼に比べて伸び，衝撃強さがやや劣っているが，かたさとの関係は類似の傾向を示している。Ni-Mo 鋼の個々の性質を溶製材と比較してみると，引張強さは低硬度側では溶製材よりやや劣るが，高硬度側では溶製材と同等の引張強さを示すようになる。伸びはかたさの増加するにつれて低下する傾向を示しているが，焼結鋼が一様に低下するのに対して，溶製材の場合には H_RC 30 付近から低下の傾向が小さくなる。そして溶製材の低硬度における低下傾向と焼結材の低下傾向とはほぼ等しい。衝撃強さは焼結鋼が H_RC 30 付近に，また溶製材は H_RC 25 付近に明りょうな変曲点がみられ，ともにかたさの増加とともに低下している。このような変曲点は材料の延性破壊と脆(ぜい)性破壊との遷移点に関係があるのではないかと考えられる。焼結材の変曲点が溶製材の変曲点よりも高硬度側になっているのは欠陥の数と大きさが焼結材と溶製材とで異なり，破壊に対する感受性はかたさに依存しており H_RC 25 以下の軟かい状態では，破壊は焼結材と溶製材との欠陥の状態の相違にあまり影響されない領域にあり，H_RC 25 付近以上になると焼結材と溶製材とがもって



×100 ×½

図 10　焼結鋼 (as sinter) の顕微鏡組織

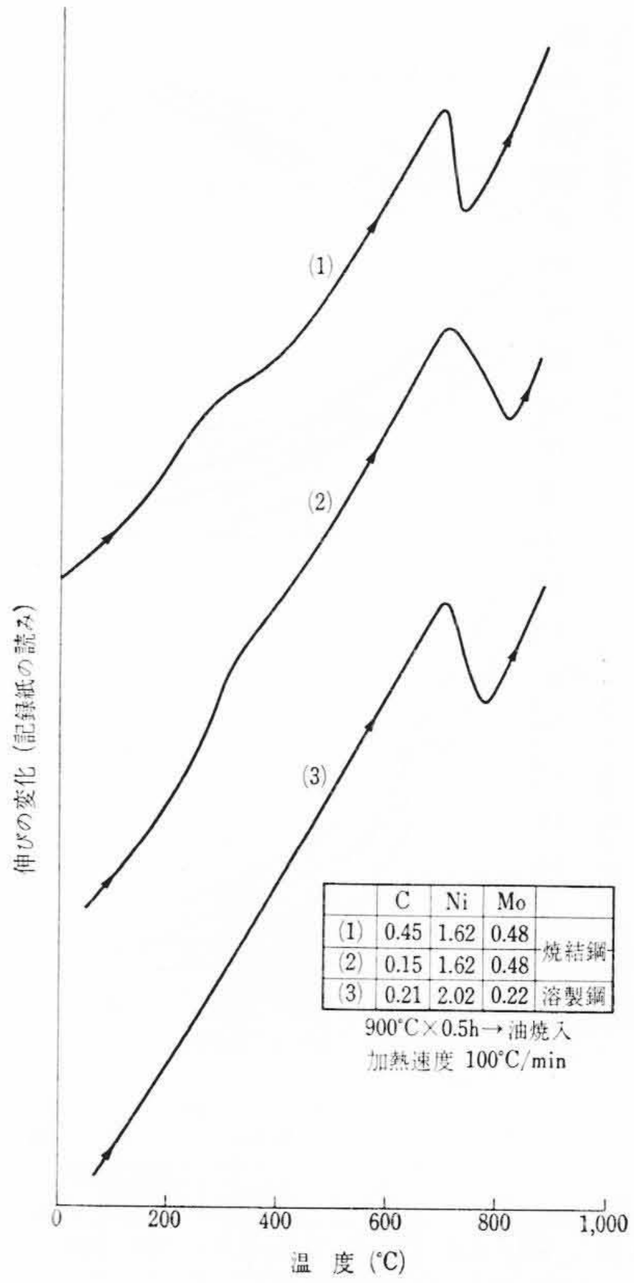
いる欠陥の状態の相違が影響するようになってくるものと思われる。さらにかたさが増すと材料のき裂感受性が非常に大きくなり，溶製材のもっている欠陥でも容易に破壊するようになるため，両者の衝撃強さが再び同じ値になるのではないかと考えられる。

図 9 は Ni 鋼の顕微鏡組織と X 線マイクロアナライザによる Ni の線分析結果を示したものである。前述のように，Ni 鋼の伸び，衝撃強さが Ni-Mo 鋼よりやや劣っているのはこの結果から明白である。本実験では Ni を 3% 混合しているが，Ni 濃度は 2～20% の範囲に変動しており Ni 濃度の非常に高いオーステイト (白色部) とマトリックスとの境界部はマルテンサイトであり非常にかたい。

金属粉末を混合して焼結する場合，合金元素の均一化がむずかしく，特に Ni のように拡散係数の小さい元素を混合して焼結すると著しく偏在する。この偏在は中低密度品の場合には機械的性質にそれほど大きく影響しないが，空孔が非常に少なくなると合金元素の偏在が欠陥として作用し機械的性質に大きく影響するようになる。したがって合金粉を使えば図 9 のような合金元素の偏在はなくなるから機械的性質が向上する。

図 10 は Ni 鋼および Ni-Mo 鋼の焼結体 (気孔率 10～15%) の顕微鏡組織を示したものである。1,100℃ 焼結した Ni 鋼は組織の不均一がかなり目だっている。焼結温度の上昇とともに組織は均一化し，1,300℃ で焼結すると，ほぼ均一な組織となる。したがって焼結温度を高くすれば，図 9 にみられるような極端な Ni 濃度の変動はなくなり，伸び，衝撃強さの改善も可能である。

Ni-Mo 鋼は焼結温度の上昇に伴って，空孔の形状が変わってはいるが，炭化物の分布状態はきわめて均一である。X 線マイクロアナライザで Ni と Mo の線分析を行なっても，これら元素の濃淡を検出することはできない。しかしながら，全膨張測定によって焼入れした試料の熱膨張を測定すると，200～350℃ 付近にかなり大きな膨張と収縮が認められる。そしてこの膨張収縮は C の多いほど明りょうになる。図 11 は C 0.15% および 0.45% の Ni-Mo 鋼 (H S 処理材) と C 0.2% の溶製 Ni-Mo 鋼を 900℃ から焼入れて熱膨張を測定した結果である。明らかに 200℃ 付近以上に膨張が認められ，350℃ 付近に収縮が認られる。これに対して，溶製材にはこのような膨張収縮は認められず熱膨張曲線は Ac_1 点にいたるまで直線である。この膨張収縮は焼もどしの第 2 段階における残留オーステナイトの分解と ε 炭化物が θ 炭化物に変化するために生ずる (第 3 段



(Ni-Mo 鋼)

図 11　熱 膨 張 曲 線

階) ものと考えられる[6]。本実験のような低合金鋼でこのような膨張収縮を全膨張測定法によって検出されることはないとされており，鍛造品では示差熱膨張によって測定されるのが普通である。図 11 のように第 2，第 3 段階の膨張収縮が全膨張測定によって認められるということは焼結鋼には相当多量の残留オーステナイトが存在することを物語っている。焼結鋼に残留オーステナイトが多いということは合金元素の偏析によるものではないかと考えられる。そしてこの偏析は X 線マイクロアナライザでは検出できないような大きさのものであろう。図 7 において低炭素側の衝撃強さが焼入温度によって異なるのは，残留オーステナイトの量が焼入温度の高いほど

多くなることに関係があると考えられる。すなわち C 0.2% 以下では焼入かたさが H_RC 30～40 で図 8 における衝撃強さが溶製材と焼結材で最も大きく異なる領域にあり，靭性の高い残留オーステナイトが多いほど欠陥の影響は小さくなり，衝撃強さが大きくなる。これに対し，高炭素側ではかたさが H_RC 40～50 でき裂感受性が非常に大きくなり，焼入れによって生ずる残留オーステナイトの影響がみられなくなるため，焼入温度と衝撃強さの関係が明らかでなくなるのではないかと考えられる。

4. 結　　言

以上，焼結体を熱間で再圧縮（HS 処理）した高密度 Ni 鋼および Ni-Mo 鋼の機械的性質などを測定した結果を要約すると，次のとおりである。

（1） HS 処理によって作製した Ni 鋼および Ni-Mo 鋼は，従来の手法で作製したものに比べて機械的性質が大きく改善される。特に衝撃強さの改善が著しい。

（2） HS 処理後の機械的性質は焼結温度に無関係に一定であり，HS 処理後再焼結しても機械的性質は変わらない。

（3） Fe-Ni 混合粉を 1,150℃ で焼結すると合金中の Ni 濃度は大幅に変動しており，Hv 600 程度のマルテンサイトが各所に生ずる。このために合金粉を焼結したものに比べて伸び，衝撃強さがやや劣っている。しかし焼結温度を高くすると組織が均一になってくるので伸び，衝撃強さを改善することが可能である。

（4） 合金粉を焼結した Ni-Mo 鋼は焼結温度が低くても均一な組織であるが，ミクロ的な合金元素の偏折のため焼入れを行なうと残留オーステナイトが溶製材に比べて多くなり，焼もどしの第 2, 第 3 段階における膨張収縮が大きく現われる。この残留オーステナイトが C 0.15% 程度の Ni-Mo 鋼のき裂感受性をやわらげる働きをし，焼入温度の高いほど衝撃強さを大きくする原因であると考えられる。

本報告を執筆するにあたり，実験に協力された，日立製作所日立研究所 51 研究室 渡辺技術員，岡山技術員ならびに日立粉末冶金株式会社松戸工場 開発課 飛田技術員の諸君に感謝の意を表する次第である。

参　考　文　献

（1） 武谷，早坂，鎌田： 粉体粉末冶金協会昭和 43 年秋季大会講演概要集 1-34（昭 43-11）
（2） 武谷，早坂，鎌田： 日立評論，51，147（昭 42-2）
（3） Takeya, Hayasaka, Kamata: Hitachi Review, 18, 202 (May 1969)
（4） 鎌田，安藤，早坂： 粉体粉末冶金協会昭和 44 年春季大会講演概要集，1-12（昭 44-5）
（5） 松山芳治： 応用金属学大系粉末冶金，113（昭 37，誠文堂新光社）
（6） 清水謙一，ほか 5 名： 鉄鋼における変態と析出，118（昭 43 日本金属学会）

新　案　の　紹　介

実用新案登録 第888973号

千代本　武　雄

ピストンロッドの発熱防止装置

この考案は，シリンダ内にピストンを往復動させることによって圧縮空気を得る往復動圧縮機においてピストンを往復動させたときピストンロッドに発生するしゅう動熱を除去しピストンロッドを一定温度以下に保つようにしたものである。

図において 1 はシリンダ，2 はピストン，3 はピストンロッド，4 はテフロン製グランドパッキン，5 はクロスガイド，6 はコネクテングロッド，7 は吸入弁，8 は吐出弁，9 はウォータジャケット，10 はピストンロッド 3 に設けた長穴，11 は長穴 10 の径より小さい外径のパイプ，12 はパイプ 11 の先端部外周に設けた小孔，13 はパイプ 11 を支持するボルダを示し，油がピストンロッド 3 の長穴 10 とパイプ 11 の外周との空間に供給され（図 2 参照），この空間内を長穴 10 の先端に向かって流れてピストンロッド 3 から熱を奪う。熱を奪って温度が上がった油が長穴 10 の先端部に達するとパイプ 11 の小穴 12 を通ってパイプ 11 の内部に流れ込む（図 3 参照）。すなわち熱を奪った後の油はピストンロッド 3 と直接接触しないような径路で図示していないが油タンクに戻るようにしたものである。

（三上）

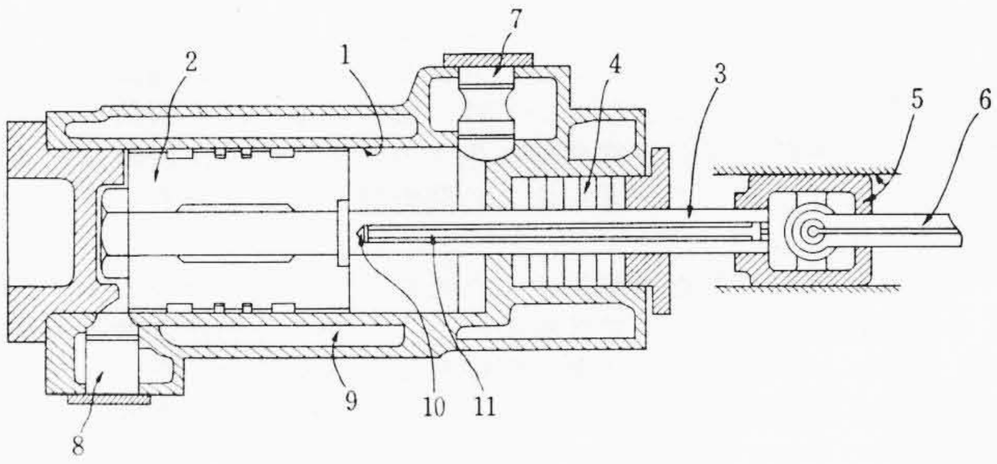


図　1

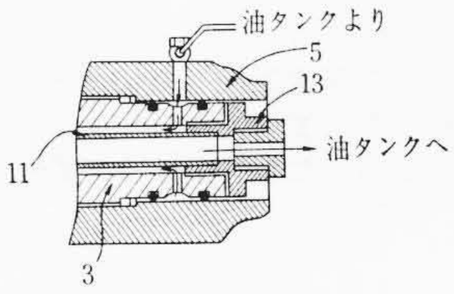


図　2

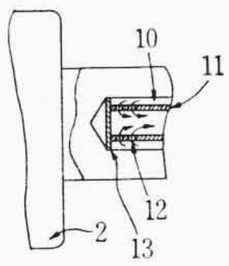


図　3