

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(A) (一般)

研究期間：2012～2015

課題番号：24246123

研究課題名(和文) 粉粒体利用ヘテロ組織ネット構造制御による機械構造用焼結合金鋼の超強靱化

研究課題名(英文) Ultrahigh strengthening sintered low alloy steels by advanced powder processing for heterogeneous microstructural control

研究代表者

三浦 秀士 (Miura, Hideshi)

九州大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：30117254

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 33,200,000円

研究成果の概要(和文)：粉末冶金によりヘテロ組織ネット構造を実現し、焼結合金鋼の超強靱化を図った。引張特性を調査し、最も引張特性に優れる最適な組成(6mass%Ni-0.4mass%C)、焼結条件(1250℃×1h、真空)熱処理条件(960℃×30min溶体化後油焼入れ、200℃×1h焼戻し、Ar)を見出し、ヘテロ組織形態の最適化による超強靱な特性(最大引張強さ2040MPa、伸び8%)を得た。さらに、疲労強度は焼結鍛造鋼に匹敵する650MPaを示した。また組織観察の結果を有限要素法に反映してシミュレーションを行い、ヘテロ組織の優位性を確認した。

研究成果の概要(英文)：Extraordinary static mechanical properties were obtained by MIM (Metal Injection Molding) Fe-6Ni-0.4C steels, which is considered as a result of heterogeneous microstructure with the Ni rich phases (martensite or retained austenite) surrounded by network of tempered martensite. Moreover, 3 kinds of MIM Fe-Ni steels with different content of Ni (4, 6, 8 mass%) are fabricated and the dynamic fatigue properties are investigated by the rotary bending fatigue testing. The Fe-6Ni-0.4C steel with the relative density of 95 % shows the highest fatigue strength of 650 MPa, which is as same strength as the powder forged steel with full density. As the results, the heterogeneous microstructure can be proved to have a great effect on not only the static but also the dynamic mechanical properties. And to obtain the best mechanical properties, the heterogeneity of the microstructure should be controlled appropriately.

研究分野：粉体加工学

キーワード：MIM ヘテロ組織 ネット構造 転造 超強靱化 有限要素法

## 1. 研究開始当初の背景

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 1000MPa 級で伸びも 1~2%) では得られない引張強度 1800MPa、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。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) を網目状に焼もど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。いずれにしても、MIM という形状付与にすぐれたネットシェイプ加工法のみならず、本鋼種の優れた特性は苛酷な負荷を伴うエンジン廻りの大形焼結部品にも十分に適合できるものとして、とくに自動車業界において粉末冶金的手法 (プレス成形) が期待されているが、そのためには解決しなければならない下記の課題が残されている。

1 つめは、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 2000MPa 以上、伸び 5% 以上、回転曲げ疲労強度 600MPa 以上) を発現させることが十分に期待できる点である。

そのためには、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合などマイクロレベルでの組織形態の最適化 (計算シミュレーションによる構造解析・力学特性を含む) および実用的な見地から温度上昇に伴う機械的特性変化などについて検討が是非必要で、特に前者は学術的な新指導原理の構築に最も寄与するところである。

2 つめは、高強度焼結材料ともなると苛酷な負荷条件下での用途が必然的に可能となるが、その場合、衝撃や疲労などに対する動的破壊強度が実用的には極めて重要で、それらの特性評価も行う必要がある。とくに、焼結材の高密度 (95~98%)・高強度材料の動的破壊挙動は従来の多孔質材料の延長上にあるとは限らず、たとえ同一の合金組成であっても本プロセス特有のマイクロレベルでのヘテロ組織や気孔形態などによ

りかなり変わることが十分に予想される

## 2. 研究の目的

精密複雑な形状製品をネットシェイプで得られる金属粉末射出成形 (MIM: Metal Injection Molding) 技術を基礎に、分散相などによる機能性の付与と伴に添加成分粉末の焼結時に生成する不均一相を積極的に利用して、超強靱化のためのマイクロレベルのヘテロ組織の形態と形成過程の解析を行う。さらには、局所複合あるいは複相の組織形成能の高さを利用した粉末冶金独特のヘテロ組織ネット構造 (図 1 を参照) を、旧来の金型プレス成形を基本とした粉末冶金 (P/M: Powder Metallurgy) 技術により実現し、自動車などのエンジン廻りの高負荷大形部材への適用も視野に入れた、新しい指導原理に基づく焼結合金鋼の超強靱化を達成するもので、使用目的当たりの物質・材料効率を飛躍的に改善できるようなグリーンイノベーションにつながる P/M 法の拡大展開を「産学及び海外連携」も活用しながら成就せんとするものである。

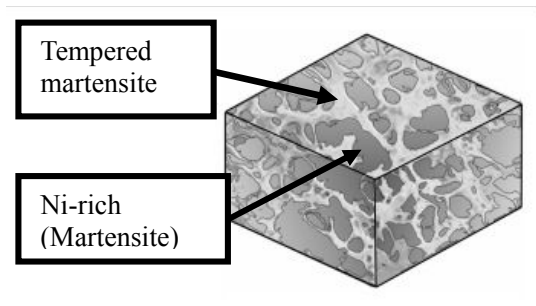


図 1 ヘテロ組織ネット構造

## 3. 研究の方法

実験には、平均粒径 4.4 μm のカーボニル Fe 粉末と、平均粒径 6.4 μm の水アトマイズ Ni 粉末を用いた。これらの粉末を Ni が 4~8 mass% となる比率で混合した。混合粉末はワックス系バインダーと、体積比 64:36 となるように混練を行った後ペレットとし、射出成形機により引張試験片および回転曲げ疲労試験片形状に成形した。その後、ヘプタン雰囲気での溶媒脱脂と、窒素雰囲気中での加熱脱脂を行い、1250 °C で 3.6 ks (1 h) の焼結を行った。焼結体の密度はアルキメデス法により測定した。さらに、Ar 雰囲気中にて 900 °C にて 1.8 ks (0.5 h) 保持した後、油冷にて焼き入れを行い、その後 200 °C にて 7.2 ks (2 h) 保持した後、空冷にて焼きもどし、試験に供した。

## 4. 研究成果

### (1) 機械的特性

相対密度はいずれも 95% 以上を示した。また炭素量は 0.4% であった。図 2 に Ni 粉末粒径 < 10 μm の場合の Ni 添加量の違いによる

EPMA 結果を示す．いずれも Ni が不均一に分散していることがわかる．また組織観察の結果，気孔は球状化しており，焼結は十分進んでいると思われる．韌性の高い焼き戻マルテンサイトが高硬度なマルテンサイトを網目状に取り囲むネットワーク構造であるヘテロ組織となっていることを確認している．

図3にNi粉末粒径<10 μmの場合のNi量と引張強度の関係を示すが，Ni添加量6%において強度2 GPa，伸び8%の優れた結果が得られた．

次に，回転曲げ疲労試験結果を図4に示す．縦軸を応力振幅，横軸を破断までの回転数とした S-N 曲線である．MIM 法で作製した Fe-6Ni-0.4C 合金鋼の疲労強度は 650 MPa であり，低合金鋼の粉末焼結材としては高い値であり，焼結鍛造材に匹敵する結果であった．

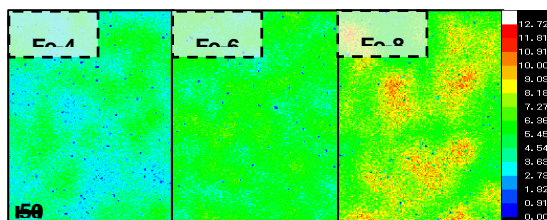


図2 Ni 濃度分布

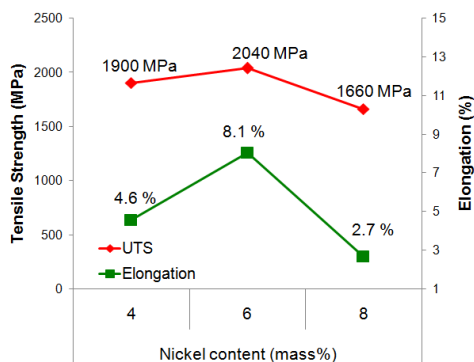


図3 引張試験結果

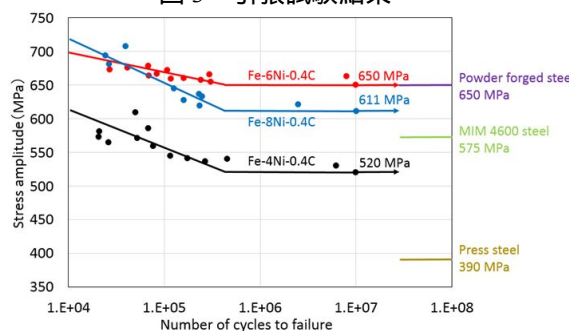


図4 疲労試験結果

### (2)有限要素解析

メゾヘテロ組織を代表体積要素 (representative volume element: RVE) を用い表現し，この要素が周期的に配置されているとして解析を行う．図5に用いた要素を示す．図の左に示した要素はニッケルリッチ部位が孤立して存在しているモデルである．一方，右はニッケルリッチ部位および低濃度部位

が双方ともネットワーク状に結合しているモデルである．全体のニッケル平均濃度が 6 mass%となるように調整した．また，単純化のために 4, 6, 8 mass%の3種の領域を設定している．ここで，6 mass%の中間領域体積を変化させることにより，不均質度 (Heterogeneity) を変化させた．これらの3領域の機械的な特性は，準備したそれぞれのニッケル濃度の均質材の引張試験を行うことにより把握し，その物性を解析ソフトに導入した．

解析により得られた不均質度と引張強度・伸びとの関係を図7に示す．孤立モデルにおいても結合モデルにおいても，40%程度の不均質度においてピークが存在し，最適な不均質度が存在することが示唆されている．このようなピークが存在する傾向は実験と一致したものである．伸びについては，若干，孤立モデルが低い傾向が見られており，双方ともあまり不均質度には影響を受けず一定であることがわかる．

実際の組織の変形の際には，ニッケルリッチ領域は残留オーステナイトとなっており，引張試験中の負荷によりマルテンサイトへと変態する．本研究の解析においては，このような応力誘起変態の効果は単純化した形でしか導入されておらず，より正確な評価・予測を行うためには，変態を材料モデルに組み込むことが重要であろう．

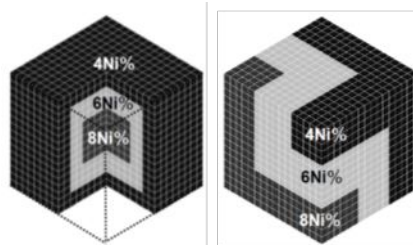


図5 解析モデル

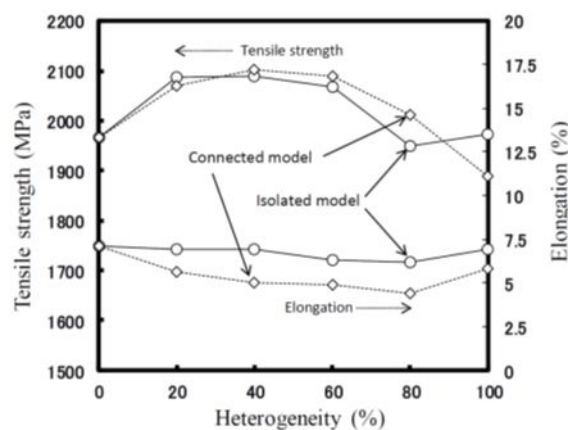


図6 解析結果

### (3)転造

粉末冶金法により作製した試料で転造の効果を検討するため，粉末を 980 MPa にてプレス成形後，窒素ガス雰囲気中で 1523 K × 3.6 ks で焼結し，相対密度約 93.5%，炭素量約

0.45 %の円盤状焼結体を製造した。得られた焼結体をローラ形状に削り出した後、一部に直径減少量が 250 μm になるように転造を施し、未転造材ならびに転造材のローラ形試料を準備した。

図 7 に転造前後の Ni 濃度および気孔分布を示す。転造加工をメゾヘテロ組織に施すと、気孔数は減少するが、硬度の高い Ni リッチ相内部の気孔は残存しやすい。そのため Ni 添加量が増えると残存気孔が増加し、緻密化が進行しにくいことがわかった。

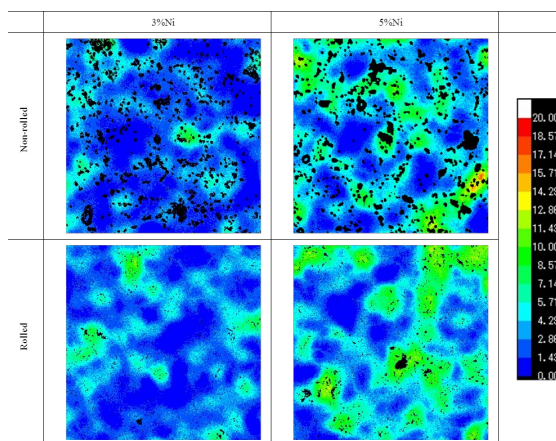


図 7 転造前後の Ni 濃度および気孔分布

さらに、面圧疲労試験を行った結果、Fe-Ni 系焼結合金鋼ローラに転造加工を施すことで  $N=1.0 \times 10^7$  の面圧疲労強度は向上し、転造加工は焼結材の面圧疲労強度の改善に有効である。転造加工、浸炭焼入れを施した Fe-Ni 系焼結合金鋼ローラの  $N=1.0 \times 10^7$  の面圧疲労強度は、高負荷用歯車として既に実用化されている溶製鋼 SCM415 浸炭材と同等の強度 1.75 GPa を示した。

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 4 件)

1. W.S.W.Harun, T.Osada, H.G.Kang, F.Tsumori, H.Miura  
Evaluation of Heterogeneous Microstructure for Ultrahigh Strengthening MIM sinter Low Alloy Steels  
Proceedings of 2013 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate  
査読有 No.40 2013 pp24-27
2. W.S.W.Harun, H.Miura, T.Osada, Y.Xu, H.G.Kang, F.Tsumori,  
Numerical Analysis for Heterogeneous Microstructure of Fe-Ni Low Alloy Steels by Metal Injection Molding  
Proceedings of International Conference on Materials Processing Technology 2013  
査読有 June 2013 pp225-229

3. Yang Xu, Fujio Tsumori, Toshiko Osada, W.S.W.Harun, Hideshi Miura  
3D Modeling Heterogeneous Microstructure for Super-high Strengthened Low Alloy Steels by MIM Process  
Proceedings of the PM2014 World Congress  
査読有 CD-ROM 2014 pp1505-1510
4. 三浦秀士  
ヘテロ組織を利用した MIM 焼結低合金鋼の超強靱化  
ふえらむ 査読有 19 巻 2014 pp479-481

〔学会発表〕(計 11 件)

1. 三浦秀士  
MIM による超強靱焼結低合金鋼のメゾヘテロ組織と特性評価  
日本鉄鋼協会、第 165 回春季講演大会  
2013 年 3 月 27 日から 2013 年 3 月 29 日  
東京電気大学 東京都 足立区
2. H.Miura, W.S.W.Harun, T.Osada, H.G.Kang, F.Tsumori,  
Fine Heterogeneous Microstructure and Mechanical Properties of MIM Fe-Ni Alloy Steels  
Powder Meta 2013(2013 International Conference on powder Metallurgy & Particulate Materials)  
2013 年 06 月 26 日 Chicago(U.S.A.)
3. H.Miura, W.S.W.Harun T.Osada, Y.Xu, H.G.Kang, F.Tsumori,  
Numerical Analysis for Heterogeneous Microstructure of Fe-Ni Low Alloy Steels by Metal Injection Molding  
MAPT2013(International Conference on Materials Processing Technology)  
2013 年 6 月 28 日 Bangkok(Thailand)
4. 三浦秀士  
MIM プロセスによる超強靱焼結低合金鋼の創製ならびにその解析  
(一社)粉体粉末冶金協会の焼結基礎分科会、第 18 回焼結研究会  
2013 年 8 月 30 日 吉作(富山県富山市)
5. 三浦秀士、長田稔子、徐陽、津守不二夫、W.S.W.Harun  
MIM による超強靱低合金鋼のメゾヘテロ組織解析  
(社)日本金属学会、2013 年秋季講演大会  
2013 年 9 月 18 日 金沢大学(石川県金沢市)
6. 三浦秀士、W.S.W.Harun、長田稔子、徐陽、

津守不二夫  
ヘテロ組織を利用した超強靱焼結合金鋼  
の創製と解析  
(一社)日本機械学会、機械材料・材料加工  
部門、第 21 回機械材料・材料加工技術講  
演会(M&P2013)  
2013 年 11 月 9 日 首都大学東京(東京都  
八王子市)

九州大学 大学院工学研究院 准教授  
研究者番号：10343237

長田 稔子 (OSADA TOSHIKO)  
九州大学 大学院工学研究院 助教  
研究者番号：90452812

7. Yang Xu, Hideshi Miura, Fujio Tsumori  
Toshiko Osada, W.S.W.Harun  
3D Modeling of heterogeneous  
Microstructure for Super-high Strengthened  
Low Alloy Steels by MIM Process  
PM2014  
2014 年 5 月 18 日 ~ 2014 年 5 月 22 日  
Orlando(U.S.A)
8. 徐陽、長田稔子、津守不二夫、三浦秀土  
焼結低合金鋼の超強靱化を目的とした有  
限要素法によるメゾヘテロ組織設計  
(一社)粉体粉末冶金協会、平成 26 年度春  
季大会  
2014 年 6 月 3 日 ~ 2014 年 6 月 5 日  
早稲田大学(国際会議場)
9. 宋子奇、長田稔子、津守不二夫、三浦秀  
土  
ヘテロ組織を利用した M I M 超強靱焼  
結低合金鋼の動的破壊特性  
(一社)粉体粉末冶金協会、平成 26 年度秋  
季大会  
2015 年 10 月 29 日 ~ 2015 年 10 月 30 日  
大阪大学コンベンションセンター
10. 徐陽、Wan Sharzi Wan Harun、津守不二  
夫、長田稔子、三浦秀土  
有限要素解析による超強靱低合金鋼のメ  
ゾヘテロ構造評価  
(一社)粉体粉末冶金協会、平成 27 年度春  
季大会  
2015 年 5 月 27 日 早稲田大学国際会議  
場(東京都新宿区)
11. Hideshi miura, Ziqi Song, Kenta Yasui,  
Kentaro kudo, Toshiko Osada, Fujio Tsumori  
Fatigue properties of MIM super-high  
strengthened Fe-Ni steels with  
heterogeneous microstructures  
PowderMet2016(国際学会)  
2016 年 6 月 5 日 ~ 2016 年 6 月 8 日  
ボストン(U . S . A)

## 6 . 研究組織

### (1)研究代表者

三浦 秀土 ( MIURA HIDESHI )  
九州大学 大学院工学研究院 教授  
研究者番号：30117254

### (2)研究分担者

津守 不二夫 ( TSUMORI FUJIO )