

## 論 文

UDC 669.14.018.252.3 : 621.762.224 : 621.762.5 : 539.413

## 焼結鍛造された高速度鋼の抗折力について\*

工 藤 靖\*\*・増 田 喜久男\*\*

Transverse Rupture Strength of the High Speed Steel  
Produced by Means of Powder Forging

Yasusi KUDOH and Kikuo MASUDA

## Synopsis:

A study of the mechanical properties of a high speed steel, JIS SKH-2, made by powder forging and conventional processes has been carried out by transverse rupture test, hardness test and both optical and electron microscopies.

The results are as follows;

- 1) The strength of powder forged steel depended upon particle size, sintering temperature and pressure.
- 2) Apparent density of gas atomized powder is higher than that of water atomized powder.
- 3) Compressibility of water atomized powder is higher than that of gas atomized powder.
- 4) The optimum sintering temperature range is between 1 200°C and 1 300°C and the holding time is 1 hr.
- 5) Transverse rupture strength of powder forged steel is 17% higher than that of commercial steel.
- 6) Carbide distribution of powder forged steel is fine and uniform, but that of commercial steel is banding structure.

(Received Dec. 4, 1971)

## 1. 緒 言

周知のように高速度鋼の噴霧粉を焼結鍛造すると従来法の溶解、鍛伸材と違った性質を示す。高速度鋼の噴霧法については、国内はもとより外国でもその報告は少なく、わずかに A. K. LETOV ら<sup>1)</sup>の例をみるにすぎない。したがって高速度鋼粉の焼結鍛造材の強度に関する報告はきわめて少ないようである。

著者らは、焼結鍛造法によつて得られた材料を建設機械の高強度を要する部品に応用をはかるための一連の研究として、単軸圧縮した高速度鋼の焼結鍛造材の強度を抗折力によつて評価することを試みた。そこで高速度鋼の噴霧装置を試作し、2, 3の基礎実験をした後、噴霧粉を製造し、焼結条件の抵抗力にあたる影響を主に圧縮性のすぐれた水噴霧粉について検討した。その結果、高速度鋼の焼結鍛造材は、単軸圧縮しても製造条件によつては、従来材を上回る強度を示したほか、2, 3の特性が認められた。以下その詳細について報告する。

## 2. 実 験 方 法

## 2.1 供試材

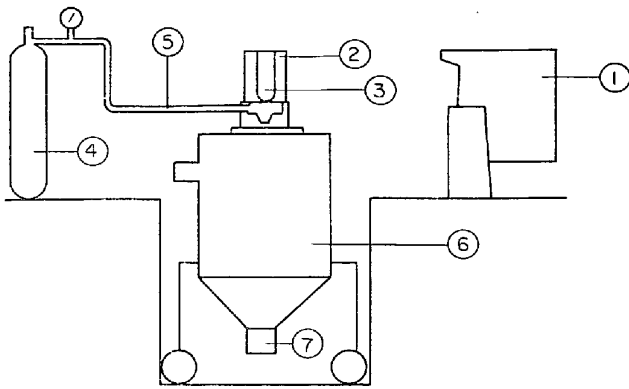
実験に用いた鋼種は、JIS SKH-2 種で化学組成を Table 1 に示す。表中 No 1 は、噴霧媒に水を用いたときの鋼種の化学組成、No 2 は、アルゴンガスを用いたとき溶製した素材の化学組成を示し、後述の市販鋼材は No 1 の化学組成である。

Table 1. Chemical composition of high speed steel, JIS SKH-2(wt %).

No	C	Si	Mn	P	S	W	Cr	V
1	0.74	0.19	0.30	0.015	0.002	17.30	4.15	0.85
2	0.78	0.29	0.35	0.013	0.003	17.36	4.09	1.17

\* 昭和46年10月本会講演大会にて発表  
昭和46年12月4日受付

\*\* (株)小松製作所技術研究所



- 1. High frequency induction furnace
- 2. Electric furnace
- 3. Crucible
- 4. Ar gas
- 5. Pipe
- 6. Atomizer
- 7. Issue

Fig. 1. Schematic drawing of experimental equipments.

2.2 噴霧方法

Fig. 1 に噴霧装置の概略を示す。

SKH-2 種市販鋼材を 30 kg 用高周波溶解炉を用いてアルゴンガスを溶湯表面に吹きつけながら溶解し、溶湯はアトマイザー中の中間ルツボにそそいだ後、高圧の水またはアルゴンガスで微粒化した。噴霧粉のマイナス 100 メッシュ粉を恒温焼なましした後、さらに Tayler 節分法にしたがつて粒度ごとにわけ、これを焼結鍛造素材とした。見掛密度、流動度は、JIS 規定の方法で測定した。

2.3 焼結方法

あらかじめ焼なましした噴霧粉を S 25C 製円筒容器(内容積 35.4 cm<sup>3</sup>) に 1.1 t/cm<sup>2</sup> の面圧で封入後、800°C × 10 min ~ 1 100°C × 10 min の短時間加熱または 1 100°C × 1 hr ~ 1 350°C × 1 hr の長時間加熱した後、圧下率 80% の熱間加工によつて円板状試片とした。加工後すぐに 840°C より恒温焼なましを行ない 500°C より空冷した後、容器を機械加工により除去した。

2.4 抗折試験

得られた円板状試片より機械加工で抗折試験片 (4.0 t × 8.0 w × 24.0 l) を中央部から採取した。これを 1 270°C × 70 sec 熱浴中で保持後 580°C の熱浴中に焼入れし 15 min 保持後空冷した。さらに試験片表面を 1.5 S まで仕上げ研磨し抗折試験に用いた。抗折試験は、JISH 5501 に準じて行なつた。

2.5 顕微鏡観察

噴霧粉、焼結鍛造後、および焼結鍛造熱処理後の組織を 3% 硝酸アルコールで腐食後、光学顕微鏡で観察し

た。また電子顕微鏡観察には、セルローズアセテート/炭素の 2 段レプリカ法を用い、炭化物の形態を観察した。

3. 実験結果および考察

3.1 噴霧粉の性質

噴霧粉の粒度は、溶湯温度、溶湯の粘性、噴霧媒の種類、圧力、オリフィス径、ノズル間隙、噴霧角度などに左右される。噴霧法の基礎実験に関する報告は、これまで田村ら<sup>2)</sup> が Cu について行なつた報告のほか、E. L. PAVLOVSKAYA ら<sup>3)</sup> がアームコ鉄について噴霧実験した報告がある。噴霧媒の化学組成におよぼす影響および粒度による化学組成の変化を Fig. 2 に示す。これによると Cr, W はほとんど粒度によつて組成は変わらず、噴霧媒による差も溶製した素材の化学組成の差のほかは認められない。V は粒度によりバラツキが認められるがその原因は確かでない。また C は微粉になるほどわずかではあるが減少傾向があり、脱炭していることが認められる。この傾向は水およびガス噴霧で同じであることから、噴霧媒の種類は無関係と推定される。

これらの噴霧粉の性質を Table 2 に示す。水噴霧粉およびガス噴霧粉を見かけ密度で比較すると、前者は後者より低く、微粉になるほど見かけ密度は高くなる。ガス噴霧粉は粒度に無関係に見かけ密度が一定で、安定した高密度粉といえる。また流動度からみると両者は形状が異なり、水噴霧粉は不規則形状粉であることが容易に判断される。この結果は田村ら<sup>2)</sup> が銅粉について報告して

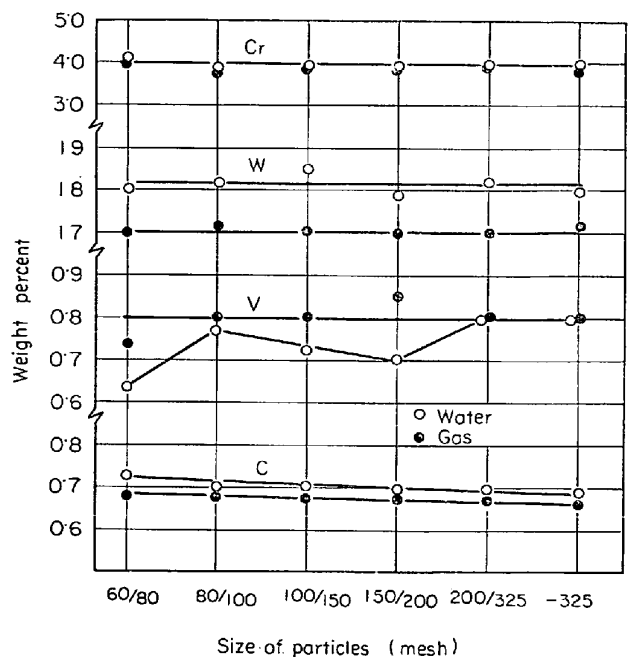
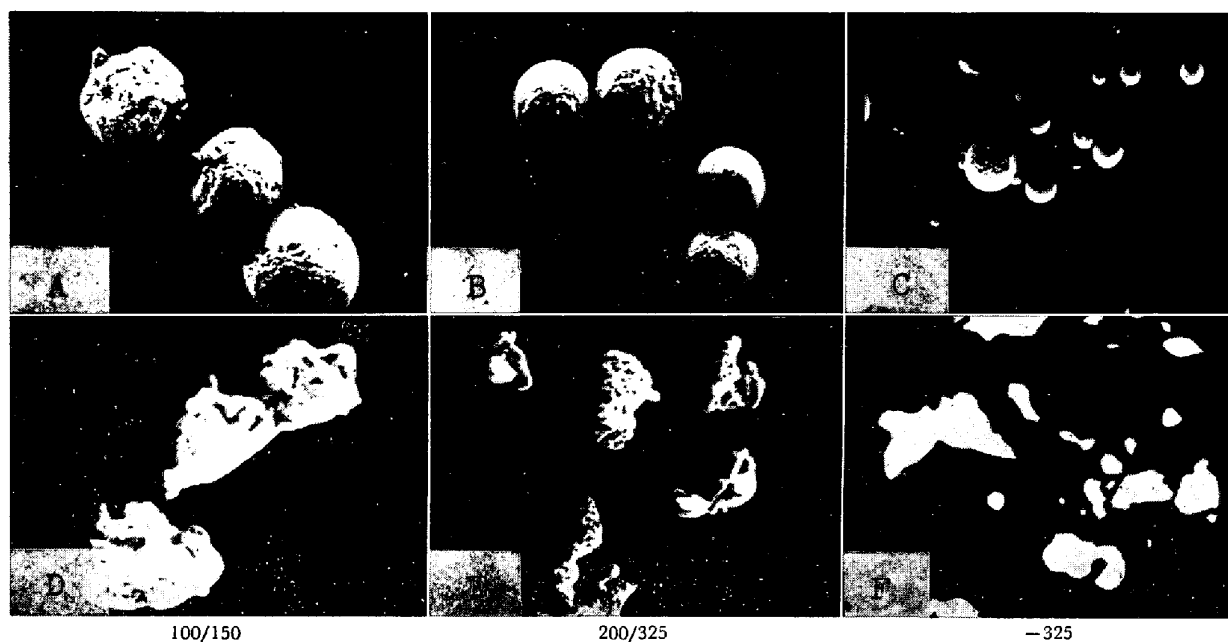


Fig. 2. Effect of size of particles on chemical composition of atomized powder.

Table 2. Properties of atomized powder.

Property	Mesh	65/80	80/100	100/150	150/200	200/325	-325
	Type						
Apparent* density (g/cm <sup>3</sup> )	Water	2.1	2.1	2.2	2.4	2.5	3.4
	Gas	—	—	4.4	4.4	4.3	4.5
Flow rate** (sec/50 g)	Water	43.1	40.0	35.6	29.8	23.7	28.7
	Gas	—	—	12.2			

\* JIS Z 250 \*\* JIS Z2502



A~C : gas atomized D~F : wate atomized  
Photo. 1. Particle forms of the high speed steel powder.

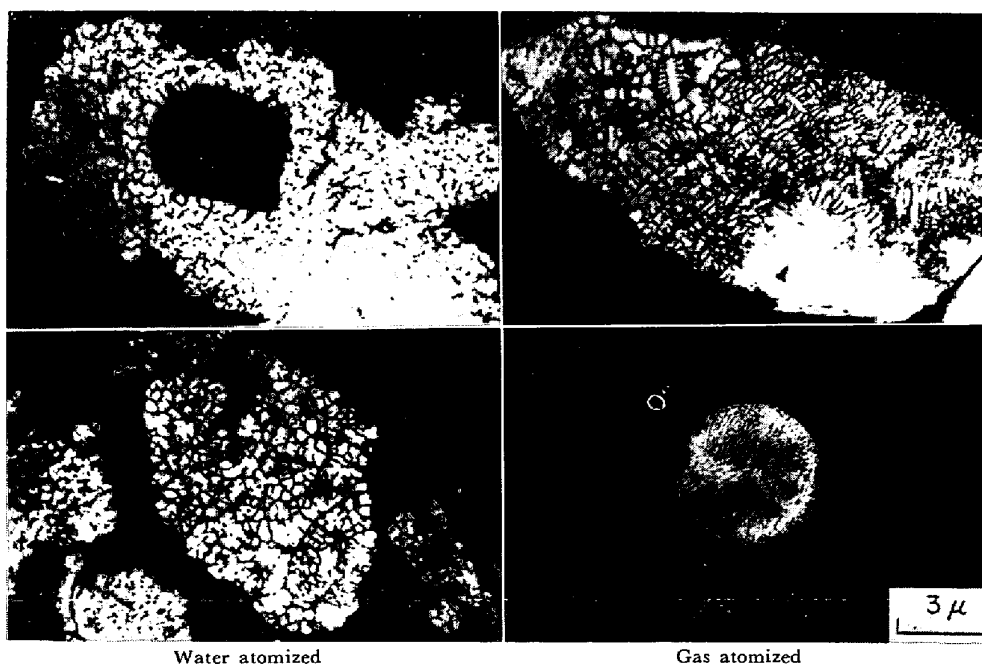


Photo. 2. Micro structures of atomized powder.

Table 3. Oxygen and nitrogen contents of atomized powder (100 mesh under). (ppm)

	Oxygen	Nitrogen
Water atomized	3 950	627
	4 230	595
Gas atomized	3 530	110
	5 970	842

いる結果と一致する。噴霧粉の形状を Photo. 1 に示す。

このような形状の差は、噴霧媒の冷却速度に関連すると思われる。微粒化は噴霧媒による剪断力と動圧作用によつてすすむ。水噴霧媒の場合、溶湯はオリフィス通過直後に冷却されるのに比べ、ガス噴霧媒の場合は、オリフィスを出た溶湯は剪断力と動圧作用によつて微粒化するが、水にくらべガスの冷却能が小さいために凝固までに表面張力によつて球状化する余裕があると考えられる。その結果水噴霧粉は不規則形状粉であるのに対し、ガス噴霧粉は球状を呈すると思われる。

Photo. 2 に噴霧粉断面顕微鏡組織を示す。その組織は、微細な共晶炭化物の樹枝状組織で水噴霧粉のほうがガス噴霧粉よりも樹枝間隔が狭い。これはすでに述べたように冷却速度の相違にもとづいている。顕微鏡組織から共晶炭化物に取り囲まれた擬フェライトと思われる腐食されない光輝部分が存在することが認められる。この擬フェライトは、A. K. LETOV<sup>1)</sup>らの報告にみるように液相が冷却速度の速い場合、格子常数の増大した擬フェライトとして凝固したためと考えられる。

Table 3 は、酸素含有量をマイナス 100 メッシュの粉体について測定した結果を示す。この結果は、酸素含有量が水およびガス噴霧粉で差がないことを示している。この含有量は普通鋼材の約 100 倍の含有量に相当する。

これは粉体表層部に生成される oxide 中の酸素が含まれており、とくに酸化されやすい鋼種では高い酸素量が検出される。たとえば SKH-3 種のような Co を含んだ鋼種の噴霧粉では、SKH-2 種の約 1/10 の酸素量を示した。このようなことから溶湯が微粒化され、水中に落下した際の粉体自体の耐酸化性が関係すると思われる。

したがって粉体中の酸素を少なくするためには、噴霧媒の種類よりもむしろ噴霧後の粉体の処理方法に左右されるのでできるだけ還元性雰囲気処理することが望ましい。本実験は  $10^{-4}$  mmHg の真空中で脱水処理したが上記の酸素含有量を示したことから、粉体表層部に酸化膜が強固に生成したと考えられる。

### 3-2 短時間焼結

市販鋼材を熱間鍛造で粗加工する際の加熱条件は、実験に用いた寸法  $80\phi \times 10$  mm の場合、 $1000^{\circ}\text{C} \times 10$  min 程度の短時間加熱で熱間加工される。そこで水噴霧粉を粒度別に規定容器に封入し、市販鋼材と同様な短時間加熱後プレスすると Fig. 3 のようになる。横軸に粒径を、縦軸に抗折力をとると粒度が微細であるほど抗折力が高い傾向を示し、かつ焼結温度が高いほど抗折力が高い。

しかし抗折力は、せいぜい  $200 \text{ kg/mm}^2$  で粉体の結合が弱く、空孔がきわめて多いことが、顕微鏡組織で観察された。したがって焼結鍛造する際は、市販鋼材のような短時間加熱では十分結合力を高めることはできない。

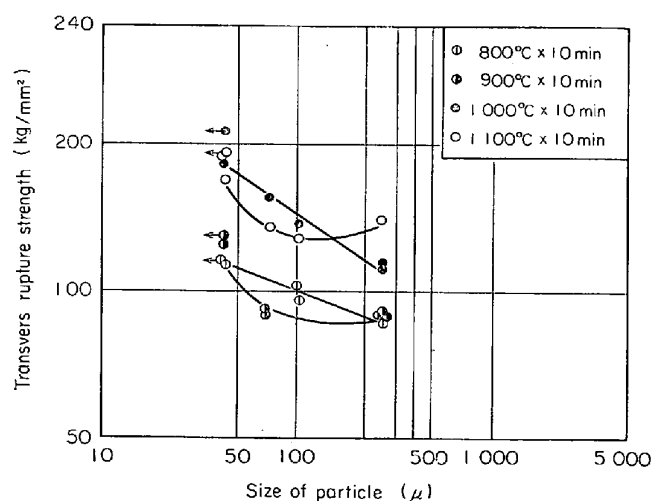


Fig. 3. Relationship between size of particles and transvers rupture strength of the steel made of water atomized powder (sintered for 10 min).

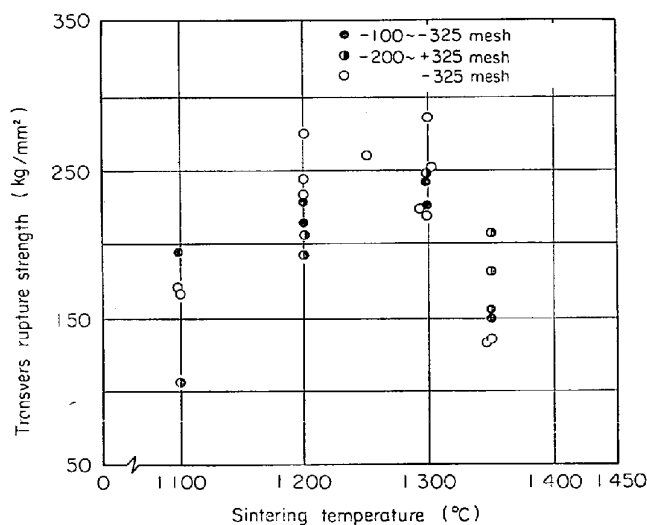


Fig. 4. Influence of size of particles on transvers rupture strength of powder forged specimen after heat treatment (sintered for 1hr).

3.3 長時間焼結

3.3.1 抗折力

Fig. 3 の結果からさらに加熱温度を高くし、時間を 1 hr かけて焼結した場合、抗折力は上昇する。

Fig. 4 は、水噴霧粉についてマイナス 100 メッシュの粉体について 1100°C ~ 1350°C で 1 hr 加熱後、熱間鍛造した結果である。これによると 1200°C ~ 1300°C の範囲で抗折力は高く、しかもマイナス 325 メッシュのみからなる試料で 280 kg/mm<sup>2</sup> を示した。一方 1100°C では短時間焼結とほとんど変わらず、1350°C では炭化物が粒界に過剰析出した過熱組織となり強度は低下する。したがって 1200°C ~ 1300°C の焼結温度が望ましく、SKH-2 種の焼入温度付近で焼結鍛造すると抗折力が市販鋼材を上回る。また試料間の強度のバラツキがあり、この原因については今後検討を要すると思われる。

市販鋼材は、焼結鍛造材と同一熱処理したものを鍛伸方向に平行に採取したもの（縦方向と呼ぶ）鍛伸方向に直角に採取したもの（横方向とよぶ）で比較すると縦方

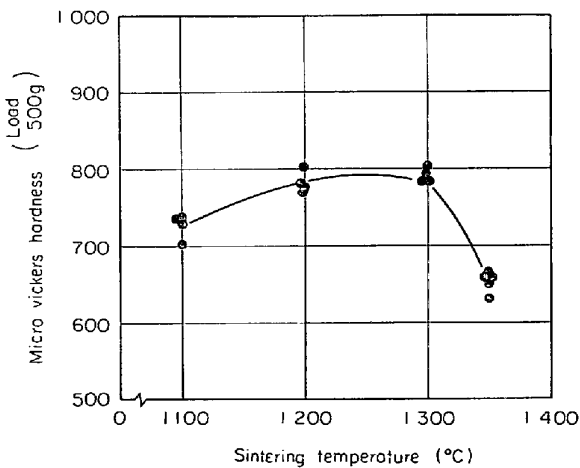


Fig. 5. Effect of hardness after heat treatment on sintering temperature.

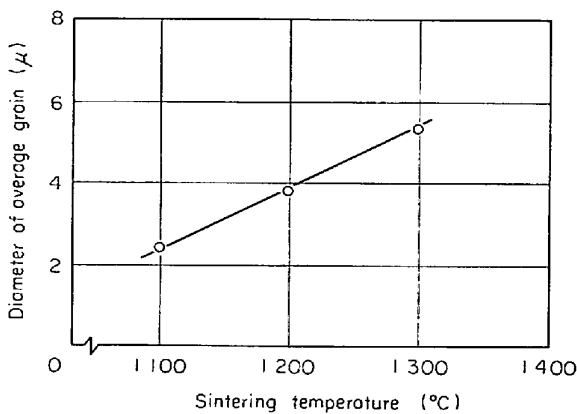


Fig. 6. Correlation of transvers rupture strength and sintering temperature.

向採取のもので 240 kg/mm<sup>2</sup>、横方向採取のもので 210 kg/mm<sup>2</sup> の抗折力を示し、異方性の強いことが認められた。

3.3.2 硬度試験結果

Fig. 4 試料についてマイクロビッカース硬さを測定した結果を Fig. 5 に示す。硬さは抗折力とほぼ一致し、1350°C になると過熱組織をうらづける硬さの低下が認められる。

3.3.3 オーステナイト粒度

水噴霧粉の抗折試験片についてオーステナイト粒度の測定結果を Fig. 6 に示す。焼結温度の上昇は、結晶粒の粗大化をもたらす。市販鋼の結晶粒度は、ASTM No 14~15 であるのに比べあまり大きな差は認められず、焼結鍛造材の抗折力は結晶粒度にあまり支配されないと思われる。

3.3.4 顕微鏡組織

金属組織を光学顕微鏡および 2 段階レプリカ法による電子顕微鏡で観察した。その結果を Photo. 3~6 に示す。顕微鏡組織から 1300°C で焼結鍛造したものの炭化物は粗大化しているのにくらべ、1100°C では炭化物が均一



Photo. 3. Microstructure of powder forged specimen, sintered at 1100°C for 1hr. (after heat treatment)

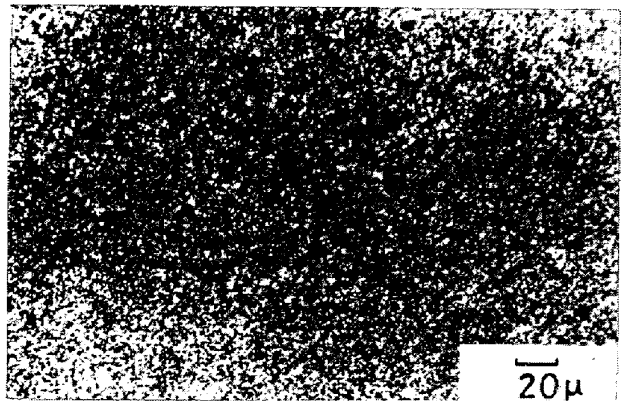


Photo. 4. Microstructure of powder forged specimen, sintered at 1200°C for 1hr. (after heat treatment)

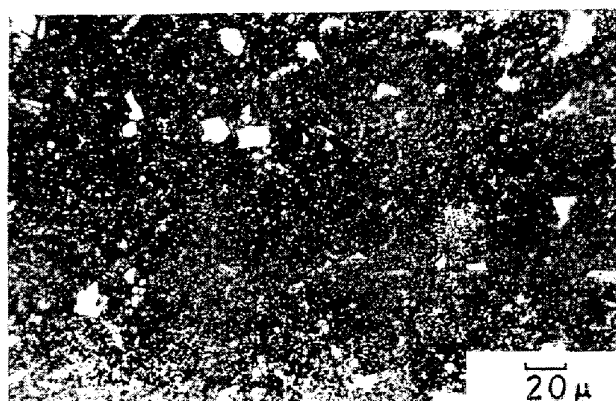


Photo. 5 Micro structure of powder forged specimen, sintered at 1300°C for 1hr. (after heat treatment)



Photo. 6. Electron micrograph of carbide structure in powder forged steel, JIS SKH-2.



Photo. 7. Electron micrograph of carbide structure of commercial steel, JIS SKH-2.

に微細分布している。しかし 1100°C では噴霧粉の境界が明確で 1200°C で処理したものにくらべあきらかに空孔が多い。このことが抗折力を上昇させる要因となっていると考えられる。

### 3.3.5 市販鋼材との比較

市販鋼材は、抗折力からも異方性の強いことが認められたが、このことは Photo. 7 の電子顕微鏡写真からも

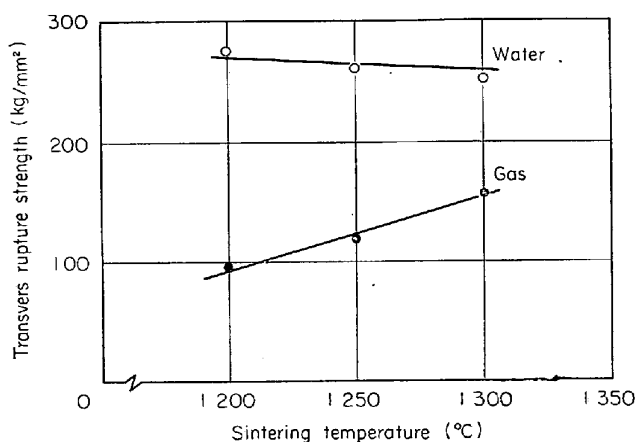


Fig. 7. Effect of sintering temperature on austenite grain size after heat treatment.

推察される。すなわち、炭化物が鍛伸方向にならび、異方性の大きいことが認められる。炭化物の大きさは、1300°C の長時間焼結鍛造材よりもむしろ小さく微細炭化物は 0.4 μm 以下のものも混在している。しかし分布が均一ではなく鍛伸方向に帯状に並んでいるのが特徴である。このため鍛伸方向に平行に採取した抗折試験片では、抗折力は大きい、垂直方向で採取したそれは、短時間焼結材に近い低い抗折力を示す結果となった。

焼結鍛造材の強度は、炭化物の分散状態と寸法に関連し、市販鋼材にくらべ等方材料であることが最も重要な特性といえる。

### 3.3.6 ガス噴霧粉焼結鍛造材

ガス噴霧粉は高密度粉でありながら圧縮性が悪く、焼結温度を高くしてもあまり空孔は消失しない。

Fig. 7 は水噴霧粉と粒度構成を同一にして同一炉内で焼結鍛造したときの抗折力を示す。ガス噴霧粉の焼結材は焼結温度の上昇とともに抗折力の増加が認められるが、水噴霧粉の焼結材にくらべはるかに低い。これはすでに述べたように圧縮性が悪いことにもとづいており、ガス噴霧粉の焼結鍛造後の密度は理論密度の 88% にとどまるのに対し、水噴霧粉のそれは 98~99% に達したことからも容易に判断される。したがって、本実験のような単軸圧縮による焼結鍛造法では、ガス噴霧粉を用いて高密度にすることはむずかしいと考えられ水噴霧粉のほうが適しているといえる。

### 3.3.7 噴霧粉製造について

焼結鍛造材の強度を支配する因子は大別して噴霧粉の性質と鍛造法にあるといえる。ここで噴霧粉の製造上の問題をとりあげると、すでにのべたように酸化の問題があげられる。

噴霧粉の製造に関して、水およびガス噴霧法の比較を

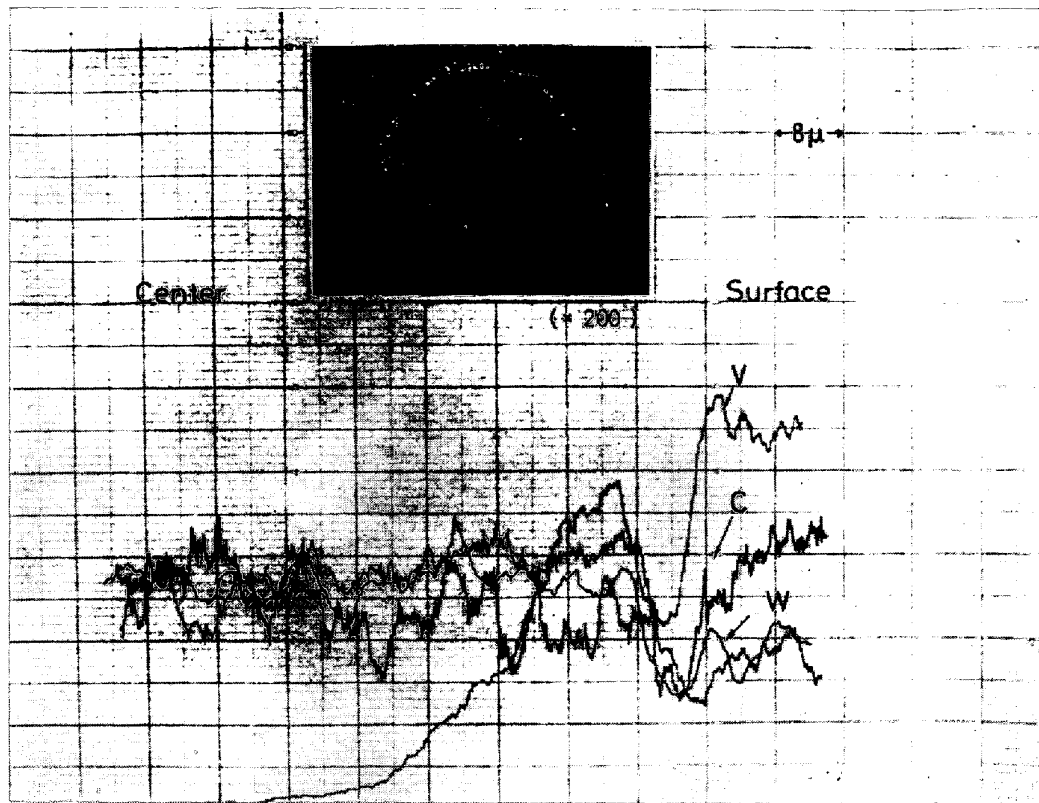


Photo. 8. Result of X-ray probe microanalysis for atomized powder.

Haynes Stellite 合金について行なつた S. SMALL ら<sup>4)</sup>の報告がある。それによると噴霧媒によつて化学組成、粒度分布などは影響されないとしながらも、酸化という点でガス噴霧は有利であることを報告している。

しかし本実験結果では、両者に酸素含有量の大きな違いがなかつた。そこで粉体表層部に酸化膜が形成されたと想定し、その酸化膜をつくっている主要元素の同定を X 線マイクロアナライザーを用いて線分析を行なつた。

Photo. 8 は、その結果を示す。特性 X 線像から V が強く出ていることがわかる。しかも V が噴霧粉表層部に凝集しており、V 酸化物をつくっていることが考えられる。これを W, Cr など他の元素について行なつてもなんらこのような変化を認めなかつた。したがつて、V が噴霧粉の製造時に表層部に凝集して粉体の処理過程（乾燥、焼なまし）で酸化したと考えられる。このことがすでに噴霧粉の化学分析の項で述べたように、V の粒度によるバラツキの原因になつていると思われる。

#### 4. 結 論

高速度鋼 SKH-2 種の水噴霧粉およびガス噴霧粉を製造し単軸圧縮による焼結鍛造を行なつた結果以下の結論を得た。

1) SKH-2 種のアルゴンガスによる噴霧粉は、水噴霧粉に比べ高密度の球状粉であるが水噴霧粉より劣る。

2) ガス噴霧粉の焼結鍛造材の抗折力は、市販鋼材の鍛伸方向に直角に採取した試料の抗折力の最大 80% にとどまり、粒子間の空孔が多く、理論密度の 88% であつた。

3) 水噴霧粉の焼結鍛造材の抗折力は、市販鋼材の鍛伸方向に平行に採取した試料の抗折力を最大 17% 上回り、微粉のほうが抗折力は大きい。

4) 鍛造前の焼結温度は、SKH-2 種の焼入温度付近で 1 hr 加熱すれば、炭化物の均一微細分布が認められ、粒子間の空孔も消失する。その温度は 1200°C 以上 1300°C 以下の範囲である。

5) 焼結鍛造材の素材である噴霧粉は、水およびガス噴霧粉ともに酸素含有量が市販鋼材よりはるかに多く、焼結時の結合力を弱める一因であると考えられる。

6) 市販鋼材は炭化物の偏析が著しく異方性が強いが、焼結鍛造材は等方性であるため、単軸圧縮しても抗折力は向上する。

#### 文 献

- 1) A. K. LETOV, 辻淵訳: 「高速度鋼の噴霧粉と噴霧粉製素材の研究」不二越技報, 27(1971)3, p.113
- 2) 田村; 粉体および粉末冶金, 12(1965), p. 25
- 3) E. L. POVLOVSKAYA: Poroshkovaya Metallurgiya, 2(1964), p. 89
- 4) S. SMALL: International Journal of Powder Metallurgy, 4(1968), p. 7