

論 文

UDC 669.14.018.252.3-492.2 : 669.14.018.252.3-138.8 : 620.186 : 539.4

高速度鋼アトマイズ粉および焼結鍛造高速度鋼の性質*

安藤 寿**・岡山 昭**・添野 浩***

Some Properties of Sintered and Hot-Forged High Speed Steels

Hisashi ANDŌ, Akira OKAYAMA, and Kō SOENO

Synopsis:

Particle size distributions, microstructures and residual gas contents of high speed steel powders, atomized by spraying water or argon gas have been investigated. The particle size distributions and the microstructures of the water-atomized powders are finer than those of the argon-atomized powders. Oxygen contents of the water-atomized powders are higher, but can be easily reduced by sintering in a vacuum furnace. In the argon-atomized powders, argon included in the powders are observed.

Sintered and hot-forged high speed steels of low oxygen contents have high transverse rupture strength and notch-toughness, because of their uniformly fine microstructures. Retained austenite is decreased and grinding is also relatively easy in the sintered and hot-forged high speed steels of fine microstructures.

(Received Mar. 6, 1974)

1. 緒 言

高速度鋼は凝固時に M_6C , MC などの炭化物を晶出するが、これらの炭化物は一般に粗大化しやすく、また初晶の樹間に晶出するため、初晶の凝固組織が粗大なほど炭化物の分布は不均一になる。したがって鋼塊が大型化して凝固組織が粗大になるほど炭化物の粗大化と分布の不均一化が著しくなる。均質化熱処理および熱間加工によつて炭化物を細粒化し、分布を均一にするのは一般に困難なため、大型鋼塊から製造した高速度鋼ほど粗大炭化物が不均一に分布した組織になりやすい。すなわち粗大炭化物が不均一に分布する結果、靱性が低下し、品質のばらつきも著しい。

以上のような従来の製造法の難点を解決する手段として、アトマイズ法によつて高速度鋼の急冷粉末を製造し、これを熱間で緻密化して高速度鋼を製造する方法が注目されている^{1)~6)}。この方法によれば炭化物を微細かつ均一に分布させることができるが、このような方法で製造した高速度鋼の特性については十分明らかにされていない。粉末冶金的手法で高速度鋼を製造する場合には、酸素含有量の少ない粉末を用いることがとくに重要とされ、Ar ガスアトマイズ粉が適当とされているが、

水アトマイズ法で製造した粉末でも適当な条件で真空加熱すれば酸素を除去できるとされている⁶⁾。

本報は、水および Ar ガスアトマイズ法で製造した高速度鋼粉末の粒度分布、凝固組織、ガス含有量および水アトマイズ粉を真空加熱して脱酸する方法などを検討し、さらに高密度化した高速度鋼の熱処理特性、抗折力、被研削性などの諸性質を溶製材に比較して明らかにした結果である。

2. 実 験 方 法

高速度鋼 JIS SKH 9 および JIS SKH 57 (以下 SKH 9, SKH 57 と略す) をそれぞれ 5 kg 高周波溶解炉で Ar ガスを吹きつけながら再溶解し、溶鋼をノズルから落下させ、これに高圧水 (60 kg/cm²) または Ar ガス (8~13 kg/cm²) を噴射して溶鋼を細粒化し、アトマイズ粉を製造した。なお Ar ガスを噴霧媒とした場合は、細粒化した溶鋼を噴霧タンク下部にためてある水中で冷却する方法もとつた。粉末および溶解原料の化学分析値を Table 1 に示す。これらの粉末について、粒度分布、凝固組織およびガス含有量を検討した。適当な方法で Ar ガスアトマイズすると溶製材とほぼ同程度の酸素量 (約 100 ppm) の粉末が製造できるが、水アトマイズ粉は溶

* 昭和 48 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 49 年 3 月 6 日受付

** (株)日立製作所日立研究所 (Hitachi, Ltd., Saiwai-cho, Hitachi 317)

*** (株)日立製作所日立研究所 工博 (Hitachi, Ltd.)

Table 1. Chemical compositions of the high speed steels used (wt %).

		C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	W	V	Co
SKH 9	Bar stock	0.82	0.20	0.33	0.021	0.001	4.07	4.85	6.35	1.88	—
	After atomizing with water	0.83	0.25	0.32	0.006	0.007	4.58	3.07	6.79	1.85	—
	After atomizing with argon	0.82	0.23	0.34	0.010	0.002	4.48	3.62	6.70	1.82	—
SKH 57	Bar stock	1.22	0.18	0.32	0.020	0.007	4.47	3.38	9.45	3.48	10.05
	After atomizing with water	1.23	0.23	0.32	0.007	0.010	4.49	3.11	9.39	3.20	9.57
	After atomizing with argon	1.22	0.20	0.33	0.010	0.012	4.45	3.08	9.40	3.32	9.82

製材の数 10 倍の酸素を含有するため、水アトマイズ粉をラバープレスで成形 (圧力: $8\,000\text{ kg/cm}^2$) した $30\phi \times 30\text{ l}$ (密度比約 60%) の成形体を真空加熱して酸素を低減する方法を検討した。なお含有ガスの分析は真空溶融法により行なつた。ついで SKH 57 水アトマイズ粉成形体を $1\,000^\circ$ および $1\,200^\circ\text{C}$, 1 hr, 10^{-4} torr で真空加熱した焼結体 ($40\phi \times 40\text{ l}$, 密度比 60%) について $1\,200^\circ\text{C}$ -10 min 水素中で再加熱後、ダイナパックで押出加工して 12ϕ の押出材を作製した。押出材の密度比はほぼ 100% であり残留酸素量は真空加熱温度に関係なく約 100 ppm であつた。押出材から $12\phi \times 10\text{ t}$ の試片を採取し、組織および熱処理特性を検討した。さらに $1\,180^\circ$ および $1\,200^\circ\text{C}$ に 10 min 保持後焼入し、 550°C -1 hr の焼戻しを 3 回行なつた試料について、抗折力および被研削性などを検討した。なお比較材として用いた溶製材は $40\phi \times 40\text{ l}$ の熱間鍛造材をダイナパックで 12ϕ に押出加工したものから試片を採取した。抗折試験は $4.0\text{ t} \times 5.0\text{ w} \times 55.0\text{ l}$ の試験片に 3 点支持曲げ変形を与え (負荷速度, 約 1 mm/min), 抗折力およびたわみを求めた。被研削性は GC 60 H 6 V 砥石を 16 m/sec の周速で回転させ、研削圧力 0.65 kg/cm^2 で、 $5.0\text{ t} \times 5.0\text{ w} \times 15.0\text{ l}$ の試験片を 20 min 研削したのちの試片の減少量から評価した。

3. 実験結果および検討

3.1 高速度鋼アトマイズ粉の性状

Fig. 1 はアトマイズ粉 SKH 9 の粒度分布を測定した結果の 1 例であるが、SKH 57 についても同様な傾向である。水アトマイズ粉は Ar ガスアトマイズ粉に比較して微細な粉末が多く、100 メッシュ以下の細粉が約 85% に達する。Ar ガスアトマイズの場合は噴霧気圧を増加すれば微粉の生成率が高くなる。Photo. 1 は SKH 9 アトマイズ粉の形状および顕微鏡組織であるが、SKH 57

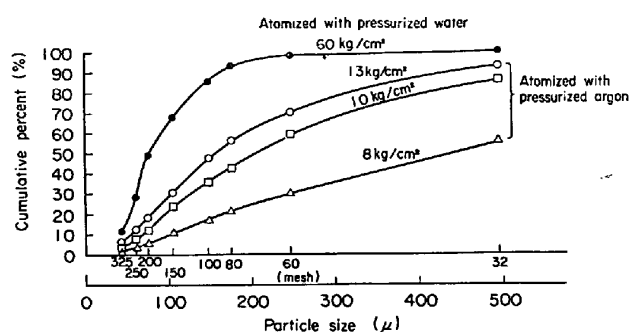


Fig. 1. Particle size distribution of atomized SKH 9 steel powders.

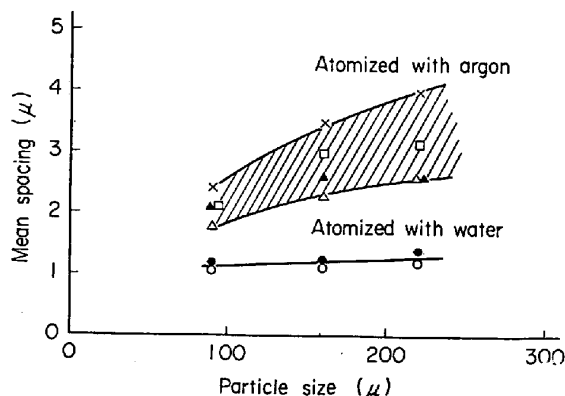


Fig. 2. Mean spacing of primary dendrites of atomized SKH 9 steel powders.

の場合も同様である。水アトマイズ粉の形状は著しく不規則であるが、Ar ガスアトマイズ粉は球状を呈している。粉末の形状は粉末の成形性に大きな影響をおよぼし、高速度鋼のような高硬度粉末 (ビッカース硬度で約 700) でも水アトマイズ粉のように不規則形状であれば、ラバープレスで成形可能である。組織はいずれのアトマイズ粉とも共晶炭化物が網目状に晶出している。アトマイズ法のちがいにより、網目組織の大きさは異なり、水アトマイズ粉の方が微細である。この網目組織の初晶の大きさを切断法で測定した結果を Fig. 2 に示すが、水

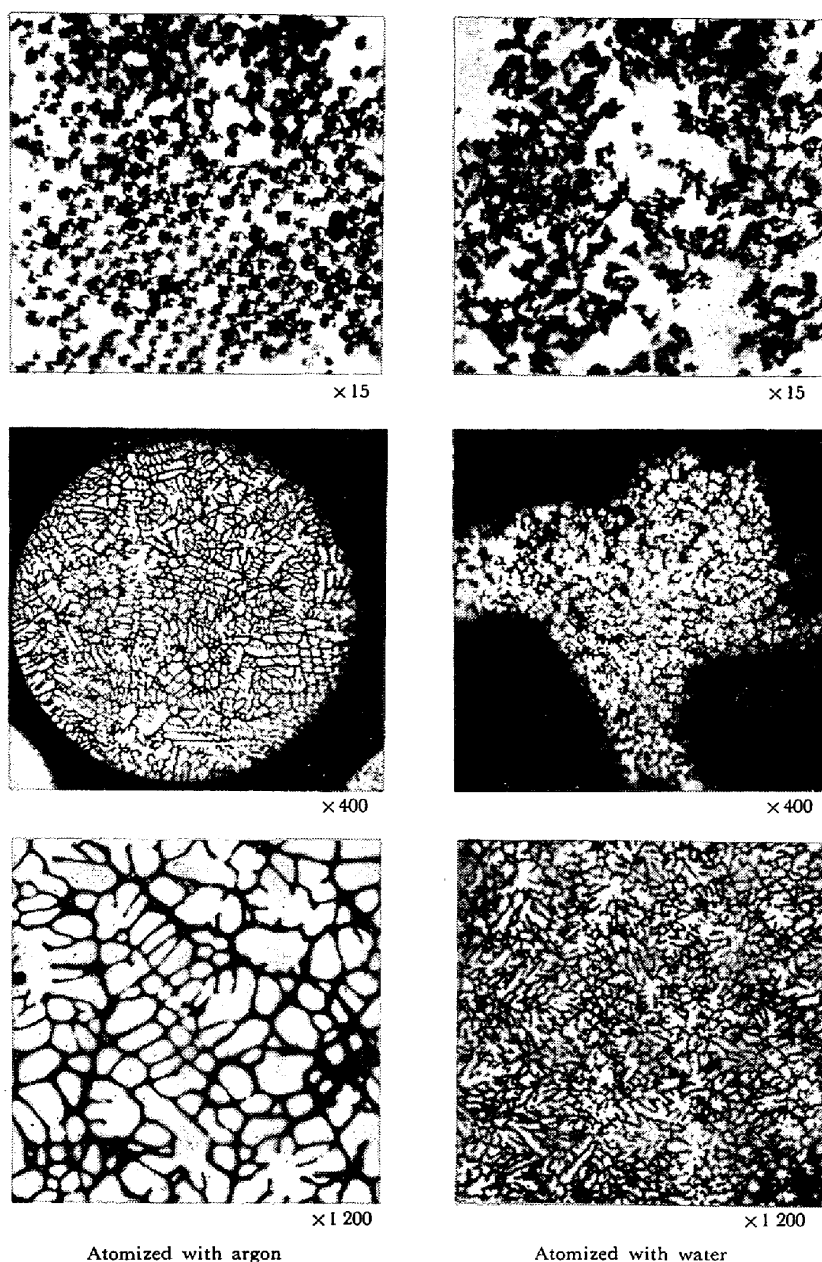


Photo. 1. Micrographs of atomized JIS SKH 9 steel powders.

アトマイズ粉の凝固組織は Ar ガスアトマイズ粉に比較して著しく微細である。

Photo. 2 は SKH 9 アトマイズ粉の真空加熱後の組織変化を示すが、SKH 57 の場合も同様である。加熱温度が低い場合は炭化物、結晶粒ともに微細であるが、加熱温度の増加および加熱時間が長くなるにつれて炭化物、結晶粒ともに粗大化する。高速度鋼 (M2) の靱性に及ぼす結晶粒度依存性については既に明らかにされているが⁷⁾⁸⁾⁹⁾、高靱性を必要とする焼結高速度鋼を製造する場合には、結晶粒がとくに顕著に粗大化する 1200°C 以上の高温に加熱するのをさけた方がよいと考えられる。

アトマイズ粉のガス含有量はアトマイズの方法によつ

て著しく変動する。ガス含有の少ないアトマイズ粉の製造法については、別に報告する予定であるが、例えば水アトマイズの場合は、高圧水によつて細粒化された溶鋼が水で冷却されるとき、細粒の周辺が水蒸気膜でおおわれ、酸化が進行すると考えられる。したがって細粒周辺の水蒸気膜を破つて急冷効果を増加すれば、酸化の程度を減少できる。一方高純度の Ar ガスを用いてアトマイズすると、粉末に含有される酸素量は 100 ppm 前後で、溶鋼に含有される酸素量と同程度になる。比較的不純な Ar ガスでアトマイズする場合には、実験方法の章で述べたように、Ar ガスで細粒化した溶鋼を噴霧タンクの下部にためた水中で冷却して酸化を防ぐのが効果的で、

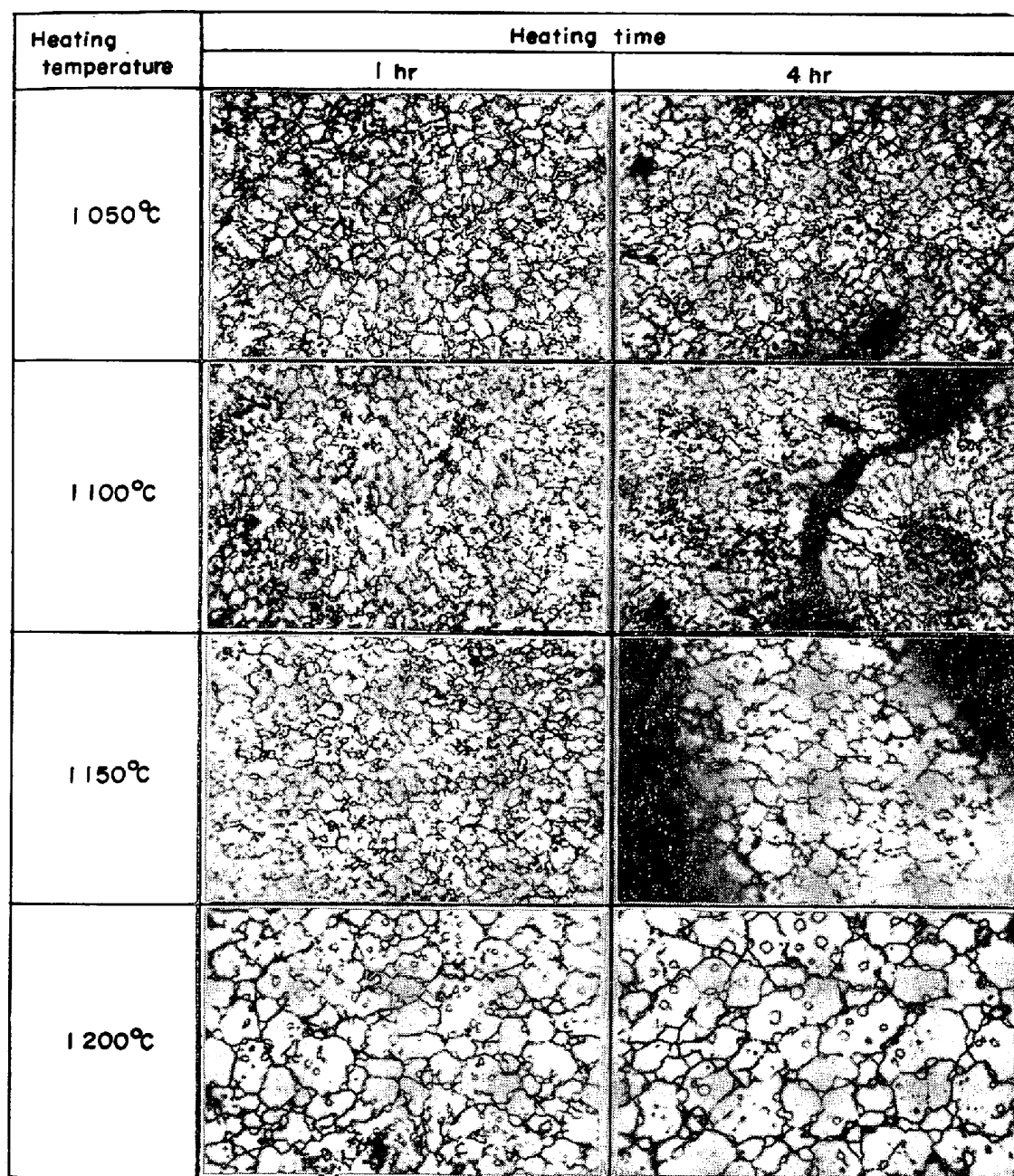


Photo. 2. Micrographs of JIS SKH 9 steel powders, atomized with water.

この場合粉末が水中に冷却されるまでの距離によつてアトマイズ粉に含有される酸素量が変動する。

Fig. 3 は種々の条件で製造したアトマイズ粉に含有される窒素と酸素量を真空溶融法で分析した結果である。Fig. 3 中×印は高純度の Ar ガスでアトマイズし、Ar ガス中で冷却した粉末の例である。水アトマイズ法では Ar ガスアトマイズ法のように酸素量を低減するのが困難であるが、Fig. 3 でとくに注目されるのは、水アトマイズ粉に比較して Ar ガスアトマイズ粉の窒素量が高いことである。真空溶融法でガス分析を行なう場合、酸素および水素を分析した残余のガスを窒素として算出して

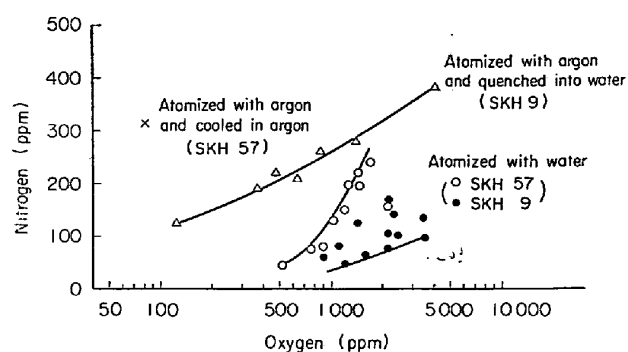


Fig. 3. Oxygen and nitrogen contents in atomized high speed steel powders.

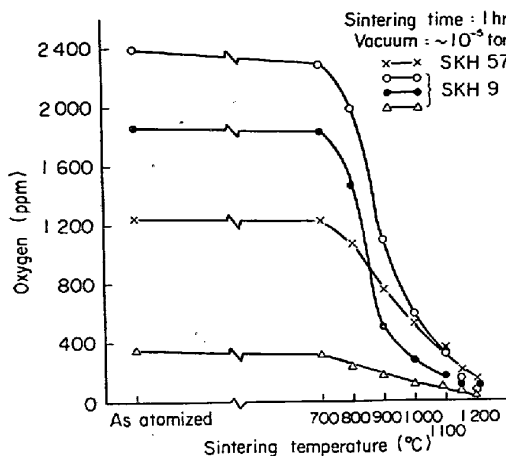


Fig. 4. Effect of sintering temperature on oxygen contents of high speed steel powders atomized with water.

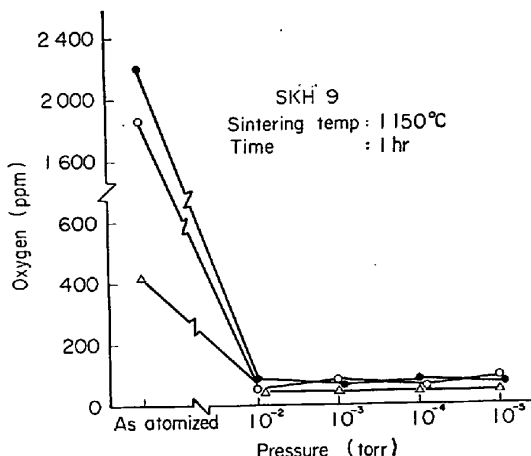


Fig. 5. Effect of pressure on oxygen content.

いるので、窒素の分析値中に Ar ガスが加算されている可能性が考えられる。そこで Ar ガスアトマイズ粉から抽出されたガスを質量分析計で検討した結果、明らかに Ar ガスが混入していることが判明した。したがって Ar ガスアトマイズ粉を用いて焼結高速度鋼を製造する場合、Ar ガスが結晶粒界などに気泡として閉じ込められ、性質に悪い影響をおよぼす可能性があるため、注意が必要と考えられる。

3.2 真空加熱による酸素の低減

水アトマイズ粉は形状が不規則で、ラバープレスで成形でき、組織も微細であるが、含有酸素が多いという欠点がある。高濃度の酸素を含んだ粉末を高密度化しても性質の改善が望めないため、酸素を低減する方法を検討した。すなわちラバープレスで成形した $30\phi \times 30l$ の成形体 (密度比約 60%) を真空中で加熱して酸素量の変動を検討した。その結果を Fig. 4 ~ Fig. 6 に示す (真空加熱した焼結体の表層部および中心部から分析試料を採

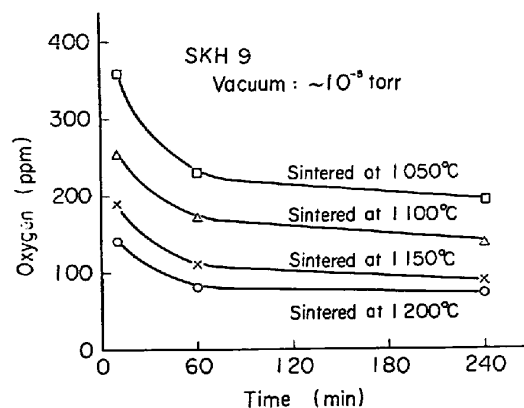


Fig. 6. Effect of sintering time on oxygen content.

取して酸素分析を行なったが、分析誤差の範囲内で一致する結果が得られた)。加熱温度の影響 (Fig. 4) をみると、約 800°C から酸素が低下しはじめ、1100~1200°C で 100 ppm 程度に減少する。また Fig. 5 から明らかかなように、あまり高真空を必要とせず、 10^{-2} torr 程度でも酸素を低減できる。なお加熱時間の影響 (Fig. 6) をみると、比較的低温で真空加熱する場合を除いては、時間の影響が比較的小さい。またこの真空加熱過程での密度上昇は少なく、密度比は約 60~63% 程度に保持される。以上のように多量の酸素を含有する水アトマイズ粉でも真空加熱すれば容易に酸素が低減できる。水アトマイズ粉中の酸素の大部分は酸化物として存在していると考えられるため、真空加熱による酸化物の解離および酸化物の炭素による還元反応¹⁰⁾の2点を検討した。

$2M + O_2 = 2MO$ なる酸化物の生成反応において、酸化物の標準生成自由エネルギー ΔG° と平衡定数 K との間には

$$\Delta G^\circ = -RT \ln K = -RT \ln \frac{a_{MO}^2}{a_M^2 \cdot P_{O_2}} \quad \dots \dots \dots (1)$$

なる関係が成立する。ここで a_M および a_{MO} はそれぞれ M および MO 成分の活量、 P_{O_2} は酸素分圧である。酸化物と金属とが標準状態すなわち純粋な状態で存在する場合には、 $a_M = 1$ 、 $a_{MO} = 1$ であるから、(1) 式は次のようになる。

$$\Delta G^\circ = RT \ln P_{O_2} \quad \dots \dots \dots (2)$$

真空加熱において酸化物が解離するかどうかは (2) 式で与えられる P_{O_2} と真空度とを比較して推察することができる。

Fig. 7 は酸化物の生成自由エネルギー・温度図¹¹⁾である。この図中に真空加熱において通常使用される真空度 10^{-6} および 10^{-8} atm に対する線図を付記したが、真空度 $10^{-6} \sim 10^{-8}$ atm、温度 1200~1300°C で解離可能な酸化物は Fe_2O_3 および NiO などである。したがっ

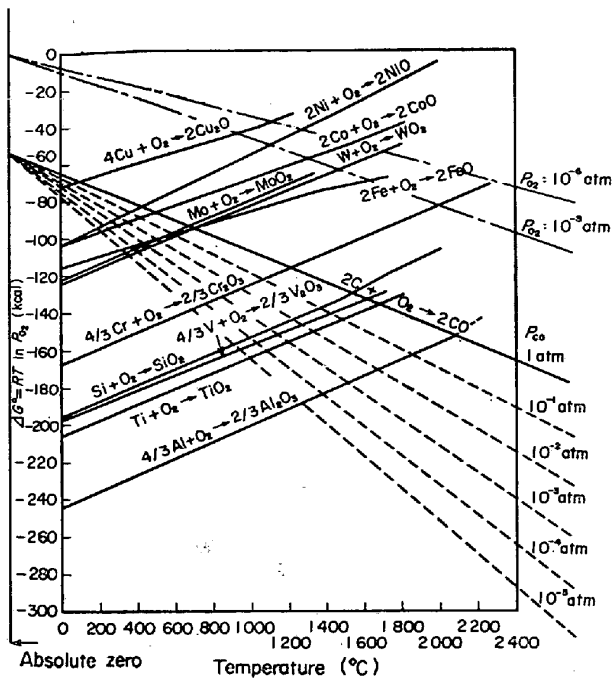
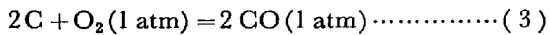
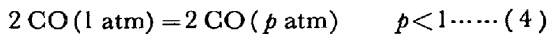


Fig. 7. Standard free energy of oxides¹¹⁾.

て真空加熱によつて高速度鋼水アトマイズ粉の酸素量が低減するのは酸化物の解離ではなく、主として高速度鋼中に含まれる炭素によつて酸化物が還元されることによると考えられる。Fig. 7 に



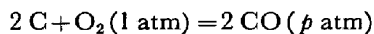
なる反応の ΔG° が与えられているが、さらに恒温で



の減圧にともなう自由エネルギー変化を ΔG_1 とすると、 ΔG_1 は CO を理想気体とすると、

$$\Delta G_1 = 2RT \ln p < 0 \dots \dots \dots (5)$$

になる。したがつて減圧状態では



$$\Delta G = \Delta G^\circ + \Delta G_1 \dots \dots \dots (6)$$

から明らかのように CO の生成自由エネルギー曲線が 1 atm の ΔG° よりも ΔG_1 だけ低下する。Fig. 7 中の線図は p が $10^{-1} \sim 10^{-5}$ atm に対する線図であるが、これから減圧状態においては、酸化物の炭素による還元が容易におこることがわかる。高速度鋼中には通例 Mo, W, V, Cr, Co などの合金元素が含まれているが、これらの酸化物が形成されていても、1200°C の真空加熱で還元できることが予想される。

3.3 高密度化した焼結高速度鋼の性質

SKH 57 水アトマイズ粉をラバープレスで成形し、1000°C および 1200°C で真空加熱した焼結体（密度比約 63%）を 1200°C・10 min 水素中で再加熱し、ダイナパックで押出加工した密度比ほぼ 100% の焼結押出材（酸

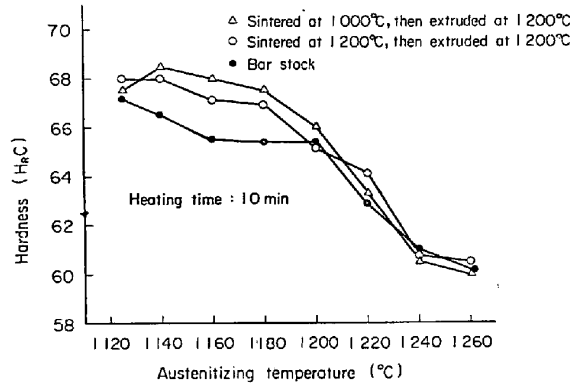


Fig. 8. Austenitizing temperature vs. hardness curves of sintered and extruded high speed steel, SKH 57.

素量はいずれの真空加熱でも差がなく、約 100 ppm) について熱処理特性、被研削性、抗折力などの性質を焼結押出材と同様のダイナパック押出加工した溶製材と比較して検討した。

Fig. 8 は焼入温度と硬さとの関係を、焼結押出材と溶製材について測定した結果である。約 1200°C 以下の焼入温度では、焼結押出材の硬度は溶製材に比較して明らかに大きい。組織の代表的な例を Photo. 3 に示すが、約 1200°C 以下で焼入れた焼結押出材の組織は溶製材に比較して著しく微細である。すなわち約 1200°C 以下の焼入れにおいては、焼結押出材は組織が微細なことで、およびこのためにマルテンサイト変態が進みやすく残留オーステナイト量も少ないと推定されることなどのために、溶製材に比較して焼入硬度が大きいと考えられる。なお焼入温度をさらに高くすると、焼結押出材の組織が粗大になり、溶製材の焼入硬度との間に差が認められなくなる。

Fig. 9 は焼結押出材および溶製材を焼戻した場合の硬度変化である。約 525°C の焼戻し温度を境にして、低温側では焼結押出材の方が焼戻し硬度が高く、高温側では溶製材の方が大きい焼戻し硬度になることが注目されるが、これは焼入試料の残留オーステナイト量に関係していると推定される。すなわち既に指摘したように、焼結押出材は組織が微細なため残留オーステナイトが溶製材よりも少ないと推定されるが、このために低温側の焼戻しではマルテンサイト量の多い焼結押出材の方が焼戻し硬度が高い。高温側の焼戻しにおいては、残留オーステナイト中に合金炭化物などの析出がおり、このため残留オーステナイトの Ms 点が上昇して、焼戻し後の冷却で残留オーステナイトがマルテンサイトに変態する過程が含まれるようになるため、残留オーステナイトが多い溶製材の方が高い焼戻し硬度になると考えられる。

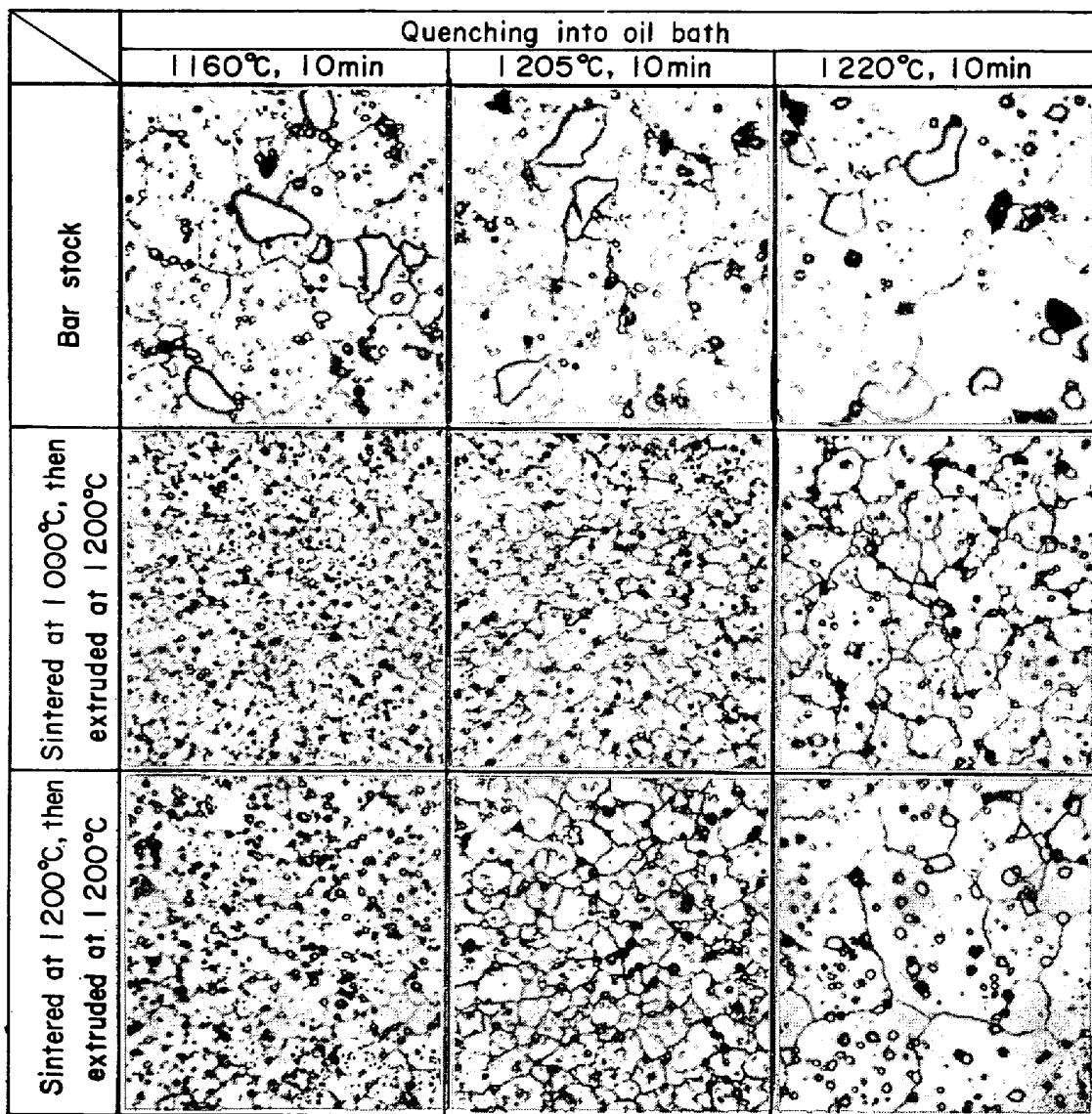


Photo. 3. Micrographs of JIS SKH 57 bar stock and of sintered, extruded JIS SKH 57 steels, prepared by using water-atomized powders (etching: 5% Nital+Murakami etchant, black parts: M_6C type carbides).

溶解法で高速度鋼を製造すると炭化物が粗大化し、その分布も不均一となり、靱性が低下するとともに品質のばらつきも大きい。急冷粉末を焼結し、熱間で圧密化して微細な炭化物を均一に分布させ、細粒組織を保持すれば、靱性も改善される^{7)~9)}ことが期待される。そこで酸素量を 100 ppm 程度に減じた高密度焼結高速度鋼を熱処理して抗折力を測定した。その結果を Fig. 10 および Fig. 11 に示すが、焼結押出材の抗折力は溶製材に比較して明らかに高い。なお焼結押出材の場合、焼結温度および焼入温度が低く組織が微細な試料ほど高い抗折力を示す傾向である。したがってとくに高い靱性を必要とする場合には、組織の粗大化を抑制するため、製造途中の熱履歴において 1200°C 以上に長時間加熱するのをさけ

た方がよいと考えられる。水アトマイズ粉を使用した焼結高速度鋼の報告⁵⁾において、抗折力の改善が認められない例もあるが、これは焼結材中の酸素量が多いこと、密度上昇が不十分なこと、あるいは組織が粗大化していることなどが原因と考えられる。

化学組成を調整して、耐摩耗性や切削性など、材質的にすぐれた高速度鋼を製造しても、その研削が著しく困難な場合には、工具の製作も困難になるので実用化されない場合がある。SKH 57 なども研削しにくい高速度鋼の一種で、SKH 57 の C 量を増加して MC 型炭化物を増加すれば、工具としての性能がさらに改善されると期待されるにもかかわらず、一般に実用化されていない理由は、著しく研削が困難になるためである。そこで SKH

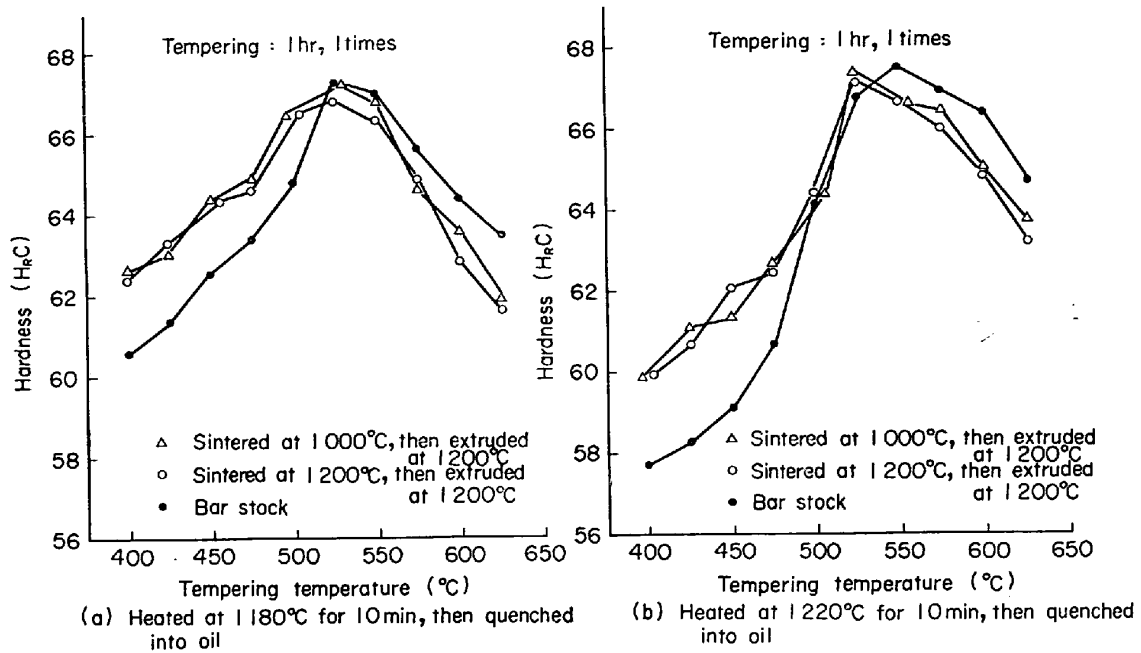


Fig. 9. Tempering temperature vs. hardness curves of sintered and extruded high speed steels, SKH 57.

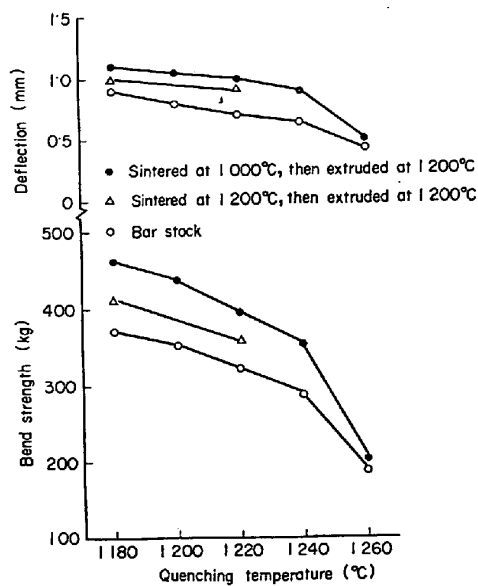


Fig. 10. Bend test results of sintered and extruded SKH-57 steels, subjected to three repeats of tempering at $550^{\circ}C$ for 1 hr after quenching from the indicated temperatures.

の焼結押出材と溶製材の被研削性を、既に述べた方法で比較する実験を行なった。結果を Fig. 12 に示すが、焼結押出材は溶製材に比較して研削しやすい。なお高速切断機による切断においても、焼結押出材は溶製材に比較して容易に切断できることを経験している。焼結押出材のように、微細な炭化物を均一に分散させた組織にすると、研削しやすくなることが結論される。

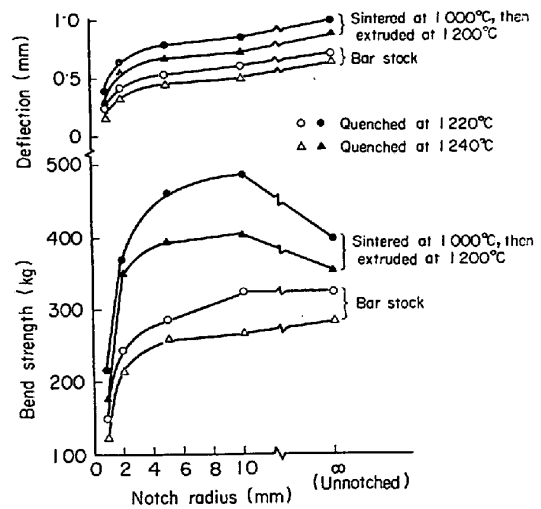


Fig. 11. Notched bend test results of sintered and extruded SKH 57 steels, subjected to three repeats of tempering at $550^{\circ}C$ for 1 hr after quenching.

なお高速度鋼を切削工具あるいはその他の工具として使用する場合、工具寿命におよぼす炭化物粒の大きさの影響が問題になると考えられる。溶製高速度鋼について切削寿命と炭化物粒 ($3\sim 20\mu$) との関係を検討した結果¹²⁾によると、炭化物が小さい方が切削寿命が長いとされているが、工具寿命と炭化物粒との関係については、なお十分解明されていないので、今後の問題と考えられる。ただ焼結高速度鋼の場合、微細な炭化物が均一に分散しているので、これを適当に加熱処理して、使用目的

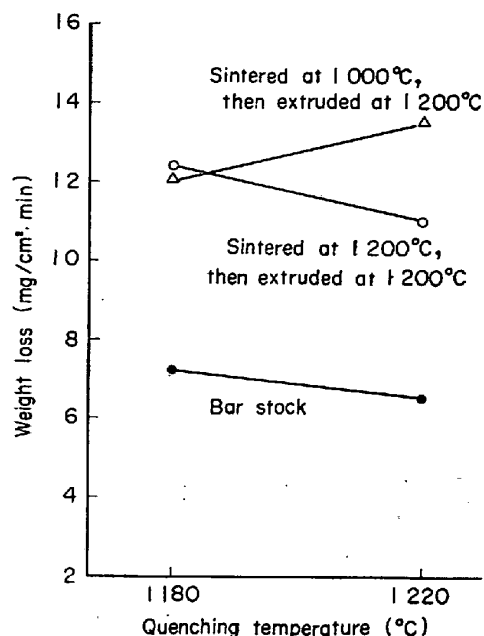


Fig. 12. Grindability of sintered and extruded SKH 57 steels, subjected to three repeats of tempering at 550°C for 1 hr after quenching from the indicated temperatures.

に応じ適切な炭化物分布にすることは可能である。

4. 結 言

本研究の結果を要約すると次のとおりである。

(1) 水アトマイズ粉の形状は不規則で成形性がよく、組織も Ar ガスアトマイズ粉に比較して微細であるが、酸素含有量が多い。なお Ar ガスアトマイズ法により約 100 ppm 程度の低酸素粉末を製造することができるが、粉末中に Ar ガスが内蔵される場合がある。

(2) 高濃度の酸素を含有するアトマイズ粉でも真空加熱により比較的容易に酸素を低減することができる。

これは粉末中に含有される炭素によつて還元反応が進行するためと考えられる。

(3) 焼結高速度鋼は組織が微細で、炭化物が均一分布しているため、靱性および被研削性が溶製高速度鋼に比較して著しくすぐれている。なお焼結高速度鋼に特有な微細組織は約 1200°C 以上に長時間さらされない限り粗大化せず、したがって焼入れにおいて残留オーステナイトも比較的少ないと推定される。

以上の研究を行なうに当たり、御指導を賜わった日立金属株式会社中村信夫博士、竹内久祐博士、田村紋平主管技師、日立研究所飯塚富雄部長の諸氏に深甚なる謝意を表するとともに、御協力をいただいた日立金属磁性材料研究所原久雄研究員に深謝する。

文 献

- 1) C. L. KOBRIN: Iron Age, 200(1967) 7, p. 71
- 2) E. J. DULIS and T. A. NEUMEYER: JISI, 126(1970), p. 112
- 3) I. STRÖMBLAD: Proc. Intern. Conf. Sci. Technol. Iron Steel, suppl. Trans. JISI, 11(1971), p. 319
- 4) 山口, 新保, 村山, 飯島: 粉体および粉末冶金, 18(1971), p. 56
- 5) 工藤, 増田: 鉄と鋼, 58(1972), p. 1646
- 6) エリッタ・ヤラン・ワステンソン: 特開昭 47-5653
- 7) K. BUNGARDT and O. MULDERO: Arch. Eisenhüttenw., 35(1964), p. 1079
- 8) K. BUNGARDT and O. MULDERO: Stahl u. Eisen, 86(1966), p. 150
- 9) T. A. NEUMEYER, et al.: Met. Trans., 3(1972), p. 2285
- 10) A. M. AKSOY: Vacuum Metallurgy, Edited by R. F. Bunshah, New York (1958), p. 59
- 11) F. D. RICHARDSON and J. H. E. JEFFES: JISI, 160(1948), p. 261
- 12) 辻, 増田, 碓永: 鉄と鋼, 52(1966), p. 680