

論 文

UDC 621.762.224 : 669.14.018.252.3 : 621.762.5 : 539.4

焼結高速度鋼 SKH 57 の機械的性質におよぼす
粉末性状の影響*

安藤 寿**・岡山 昭**・添野 浩***・竹内久祐****

Effect of Powder Properties on Strength of Hot Isostatic
Pressed High Speed Steels

Hisashi ANDŌ, Akira OKAYAMA, Kō SOENO, and Hisasuke TAKEUCHI

Synopsis:

Green and tap densities of atomized high speed steel powders (JIS SKH 57) are measured. The shapes of the powders are spherical in gas atomization and irregular in water atomization. The densities are lower in the water-atomized powders than in the gas-atomized ones. Pulverization of the water-atomized powders increases the densities. Compacting press also increases the densities of the water-atomized powders. However, the densities of the water-atomized powders are difficult to approach to the tap density of the gas-atomized powders.

Hot isostatic pressing, 113 MPa is applied at 1150°C in order to sinter densely the water-atomized powders, gas-atomized powders, and their mixture. Transverse rupture strength have been investigated in the dense specimens subjected to heat-treatment for hardening. The strength level of the specimens produced by using the water-atomized powders is much higher than that of the specimens produced by using the gas-atomized powders. It is also observed that adding the gas-atomized powders to the water-atomized powders causes the decrease in strength level.

Strength level is greatly increased by hot isostatic pressing and subsequent hot forging. However, the strength level of the dense specimens of the gas-atomized powders can not be increased satisfactorily without destroying the spherical forms by giving a great forging ratio.

1. 緒 言

高速度鋼の噴霧粉を製造して、これを鋼製缶に充填し、熱間静水圧圧縮して高速度鋼を製造する方法が注目されている^{1)~5)}。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^{1)~5)}、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。熱間静水圧圧縮して焼結高速度鋼を製造する場合には、酸素含有量が少なく、高い充填率を示す球状の Ar ガス噴霧粉が適当とされている。水噴霧粉は形状が不規則なため、冷間圧縮成形が比較的容易であるが、酸素含有量が多く、充填率が低い欠点がある。そこで水噴霧粉の 2 つの欠点を改善する方法を検討し、さらに水噴霧粉およびガス噴霧粉を熱間静水圧圧縮、焼結鍛造などで圧密化した高速度鋼の性質のうち抗折力、吸収エネ

ルギーなどについて原料粉末の性状の影響を検討したので、これらの結果について報告する。なお切削性、寿命については別に報告する予定である。

2. 実験方法

酸素量の低い水噴霧粉を製造するために用いた装置の要点を Fig. 1 に示す。別に設置した高周波溶解炉で Table 1 に示す高速度鋼 SKH 57 を約 2 kg Ar ガスを吹き付けながら溶解し、600~800°C に予熱したルツボ①に注入し、底部に設けたノズルから流出する溶鋼細流に円錐環帯 V 型ジェット方式の噴霧ノズル②から約 6 MPa の高圧水を噴出させて噴霧し、噴霧溶鋼を導水管③および冷却水を満したタンク④で急速に冷却する方法で行なった。

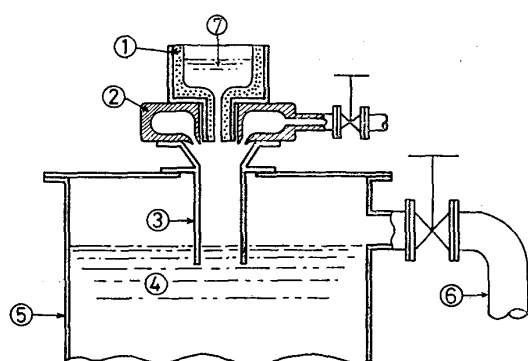
60 メッシュ以下に篩分した酸素量約 1 000 ppm の水

* 昭和 52 年 10 月 12 日受付 (Received Oct. 12, 1977)

** (株)日立製作所日立研究所 (Hitachi Research Laboratory, Hitachi Ltd., 3-1-1, Saiwai-cho Hitachi 317)

*** (株)日立製作所日立研究所 工博 (Hitachi Research Laboratory, Hitachi Ltd.)

**** 日立金属(株) 工博 (Hitachi Metals Ltd.)



1. Crucible.
2. Atomizing nozzle for water of high pressure.
3. Pipe for conducting water and metal powders.
4. Cooling water.
5. Tank.
6. Overflow pipe.
7. Molten metal.

Fig. 1. Apparatus for water-atomization.

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

	C	Si	Mn	Cr	Mo	W	V	Co
SKH 57	1.23	0.22	0.25	3.94	3.05	9.16	3.34	9.60

噴霧粉, これを真空加熱して酸素量を約 300 ppm に低減⁵⁾した粉末について充填率を改善する方法を検討した. ついで水噴粉 (酸素量約 1000 ppm), 水噴霧粉の真空加熱粉 (酸素量約 300 ppm) および窒素ガスで噴霧し, 窒素ガス中で冷却する方法で製造した酸素量約 100 ppm のガス噴霧粉などを, 外径 60 mmφ, 長さ 100 mm, 肉厚 3 mm の軟鋼缶に充填し, ASEA 製熱間静水圧圧縮装置で, 1150°C, 113 MPa, 90 min 熱間静水圧圧縮した. なお焼結鍛造で圧密化する場合は, 水噴霧粉の真空加熱粉 (酸素量約 300 ppm) および上記のガス噴霧粉を軟鋼缶に充填し, 1200°C, 10 min 加熱後ダイナパックで圧密化し, さらに約 1050°C で熱間スエージ加工した.

いずれの圧密化材の場合も 1220°C, 5 min 保持後油焼入れ, 550°C, 1 h の焼戻しを 3 回行なつて, 硬さを約 H_RC 68 に調整して抗折試験を行なつた. 比較材として用いた溶製材は Table 1 の素材 (市販の鍛造材) から試験片を採取した. 抗折試験は厚さ 4 mm, 幅 5 mm, 長さ 55 mm の試験片に 3 点支持曲げ変形 (負荷速度約 1 mm/min) を与え, 抗折力, 吸収エネルギー (破断までに試験片に加わつた全エネルギー) を求めた.

3. 実験結果および検討

3.1 水噴霧粉の性状

水噴霧粉の酸素量は噴霧溶鋼の冷却方法によつて著しく変動する⁶⁾. 水噴霧粉は通例 Fig. 1 の導水管③を取り去つた装置で製造されるが, 円錐状に飛散する噴霧溶鋼が冷却水④中に到達するまでの冷却速度が遅いため, 酸化されて 2000~5000 ppm の酸素を含有している. 水噴霧法で酸素含有量を低減するには, 噴霧溶鋼のまわりに発生する水蒸気膜を流動する噴射水流で破壊し, 急速に冷却して粉末が高温で酸化される期間を短縮することが重要と考え, Fig. 1 の導水管③を取り付けた. その結果, 酸素量が 800~1000 ppm の高速度鋼水噴霧粉を製造できるようになった. さらに水噴霧粉を 1000~1200°C, $\sim 10^{-3}$ Torr 以下真空加熱する方法で, ガス噴霧粉あるいは溶製材と同程度まで酸素量を低減できる. これらの詳細については別に報告⁵⁾⁶⁾した通りである.

ガス噴霧粉および水噴霧粉の見掛密度, タップ密度を Fig. 2 に示すが, 水噴霧粉はガス噴霧粉に比較して見掛密度およびタップ密度が著しく小さい. 充填率の小さい水噴霧粉を鋼製缶に充填し, 熱間静水圧圧縮すると, 缶の収縮が大きくなり, 歪んだ圧密体となつて製品歩留りが低下する. そこで不規則形状の水噴霧粉をらいかい機で粉砕し, 充填率を改善する方法を検討した. Fig. 2 から明らかなように, 約 30 min 粉砕すると, 見掛密度比およびタップ密度比のいずれも約 6~7% 改善されるが, それ以上粉砕時間を長くしても効果は認められない.

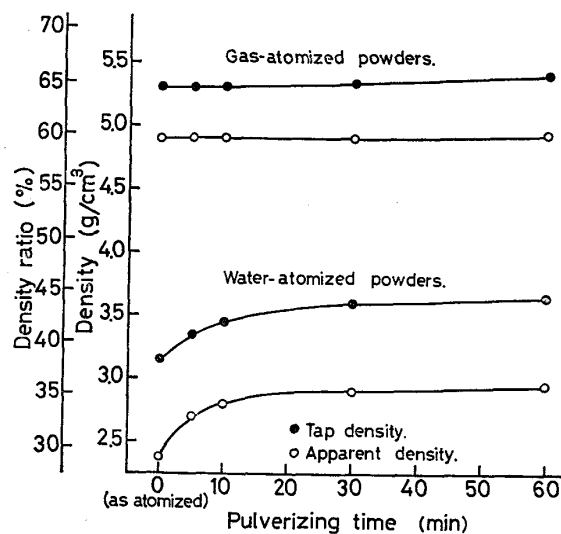


Fig. 2. Effect of pulverization on the apparent and the tap density of the SKH 57 steel powders.

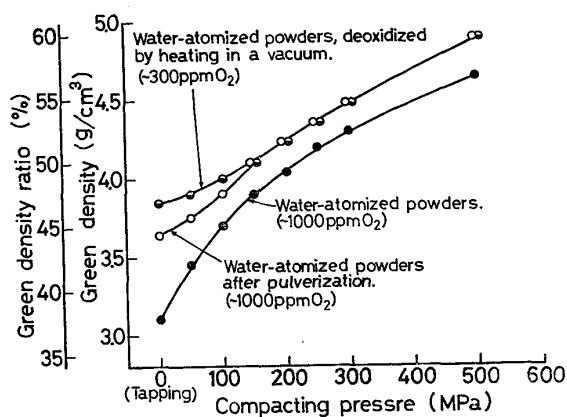


Fig. 3. Effect of compacting pressure on the green density of the water-atomized SKH 57 steel powders.

Fig. 3 に水噴霧粉の充填率におよぼす冷間圧縮の影響を示す。粉末を缶にタップ充填後、200 MPa 程度の成形圧力を加えると、約 50% の充填率が得られるが、いずれの成形圧力でも水噴霧粉を粉砕することにより、水噴霧粉よりも約 3% 充填率が大きくなる。なお水噴霧粉をらいかい機で 1 h 粉砕後、 10^{-4} Torr 以下の真空中、850°C、2 h 加熱後徐冷して焼なました粉末 (Hv 350) の成形圧力と密度との関係は、水噴霧粉を 1150°C、1 h 真空加熱した粉末と同様な傾向で、50~100 MPa の成形圧力の範囲では、水噴霧粉を粉砕した粉末 (Hv 800) より充填率は若干高いが、200 MPa 以上の成形圧力では粉末を軟化させた効果がみられない。

3.2 圧密化材の機械的性質におよぼす粉末形状の影響

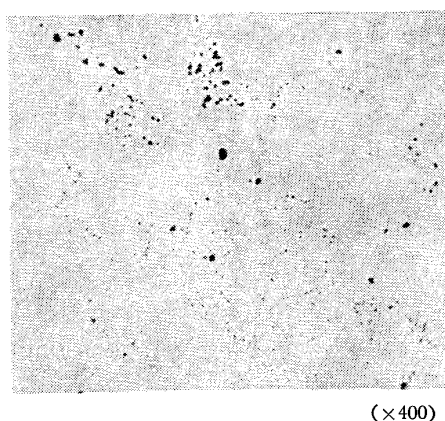
SKH 57 の水噴霧粉をらいかい機で 1 h 粉砕した約 1000 ppm の酸素を含む粉末、水噴霧粉を粉砕後、1150°C、2.5 h、 $\sim 10^{-5}$ Torr で真空加熱して約 300 ppm に酸素を低減した粉末および酸素量約 100 ppm のガス噴

霧粉を軟鋼缶に充填し、1150°C、113 MPa、90 min 熱間静水圧圧縮した圧密化材について、密度、組織、抗折力、吸収エネルギーなどを検討した。

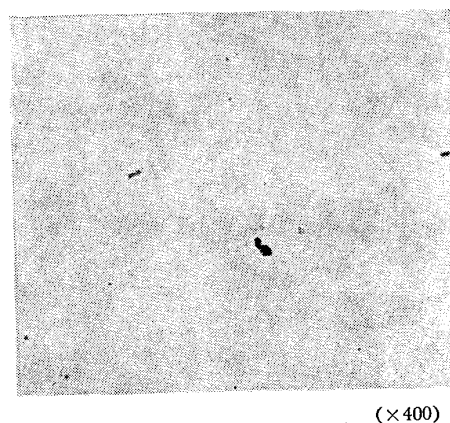
酸素量約 300 ppm の水噴霧粉 およびガス噴霧粉などを熱間静水圧圧縮した緻密体の密度は溶製材に一致し、焼鈍状態で 8.207 g/cm³ であるが、酸素量約 1000 ppm の水噴霧粉の緻密体は焼鈍状態で 8.171 g/cm³ の密度で、緻密体を熱間鍛造しても密度が増加しない。Photo. 1 に緻密体の介在物の例を示すが、酸素量約 1000 ppm の水噴霧粉の緻密体には酸化物系の介在物が多量に認められ、介在物の影響で密度が低下したと考えられる。

緻密体および溶製材の焼入組織を Photo. 2 に示すが、緻密体の組織は溶製材に比較して著しく微細かつ均一である。

既報⁵⁾のように SKH 57 は 1220°C、5 min 保持後油焼入れ、550°C、1 h の焼戻しを 3 回行なうと約 H_RC の硬さにできる。そこでこの硬さに調整した試料の抗折試験を行なった。全試料の抗折力および吸収エネルギーを二項確率紙上にプロットした結果を Fig. 4 および Fig. 5 に示す。水噴霧粉の熱間静水圧圧縮材の抗折力は酸素含有量の少ない真空加熱粉（酸素量約 300 ppm）を用いた方が若干高いが、溶製材の 70~90% 程度の抗折力しか得られない。Fig. 4 中の ⊕ 印は球状のガス噴霧粉を熱間静水圧圧縮した材料の平均抗折力であるが、酸素量が低い材料にもかかわらず、水噴霧粉の熱間静水圧圧縮材の抗折力に比較して著しく小さい。すなわち熱間静水圧圧縮法で噴霧粉を緻密化する場合、原料粉末の形状が緻密材の抗折力に大きな影響を与え、不規則形状の水噴霧粉を緻密化した材料の方が球状のガス噴霧粉を緻密化した材料よりも抗折力大きい。これは熱間静水圧圧縮という等方的な圧縮において、不規則形状の水噴霧粉

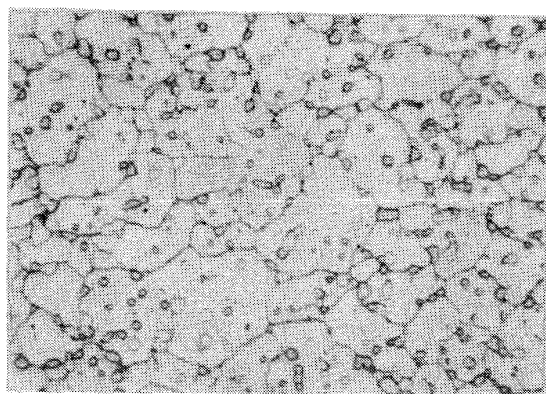


HIP products of water-atomized powders.
~1000 ppm O₂.

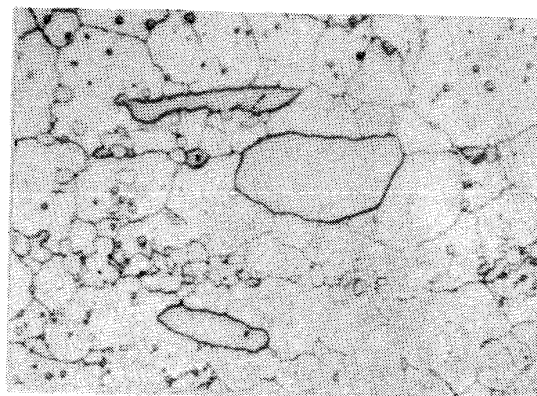


HIP products of water-atomized powders,
deoxidized by heating in a vacuum.
~300 ppm O₂.

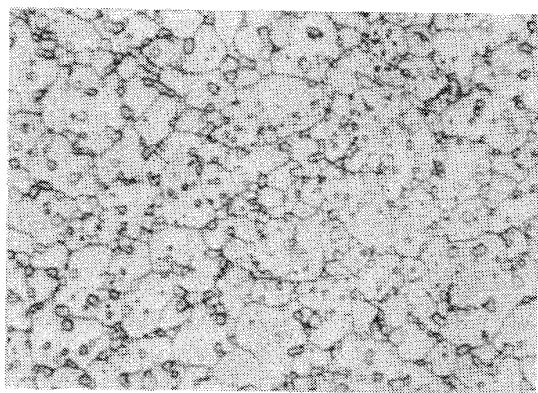
Photo. 1. Non-metallic inclusions in the hot isostatic pressed products of the SKH 57 powders.



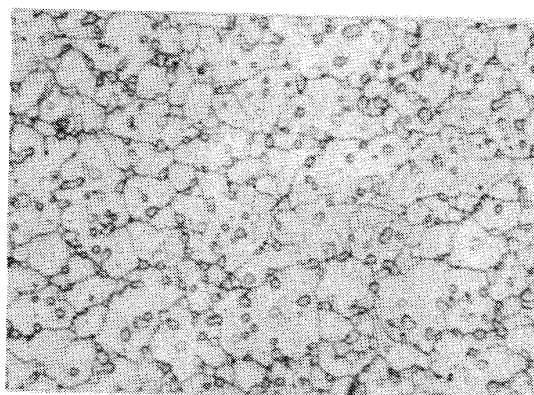
HIP products of gas-atomized powders
~100 ppm O_2 .



SKH 57 steel made by the conventional
casting and forging process.



HIP products of water-atomized powders.
~1000 ppm O_2 .



HIP products of water-atomized powder,
deoxidized by vacuum heating.
300 ppm O_2 . ($\times 1000$)

Photo. 2. Micrographs of the specimens, heated at 1220°C for 5 min and quenched into oil.
Nital etching.

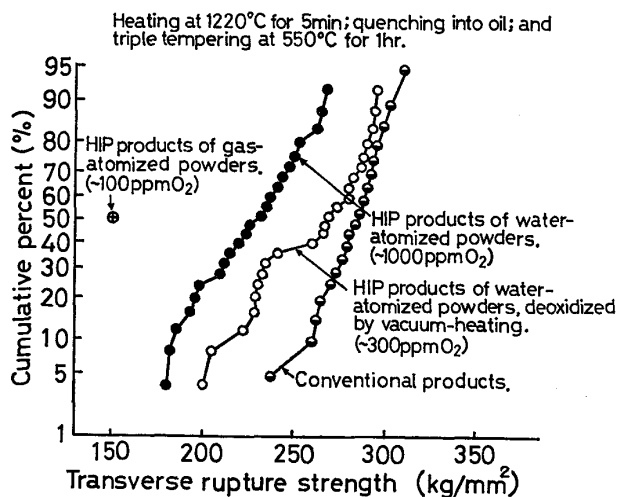


Fig. 4 Transverse rupture strength of the hot isostatic pressed products of the SKH 57 powders and the SKH 57 steel made by the conventional casting and forging process.

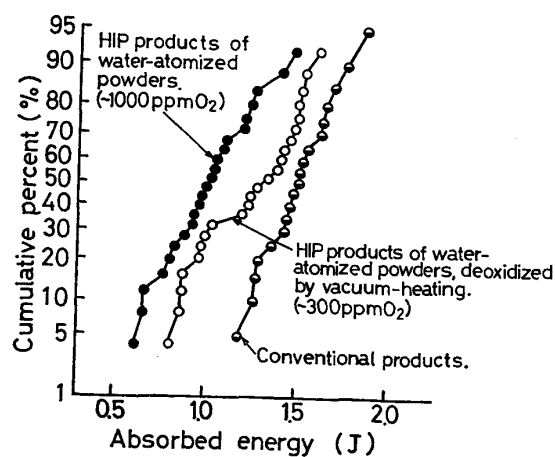
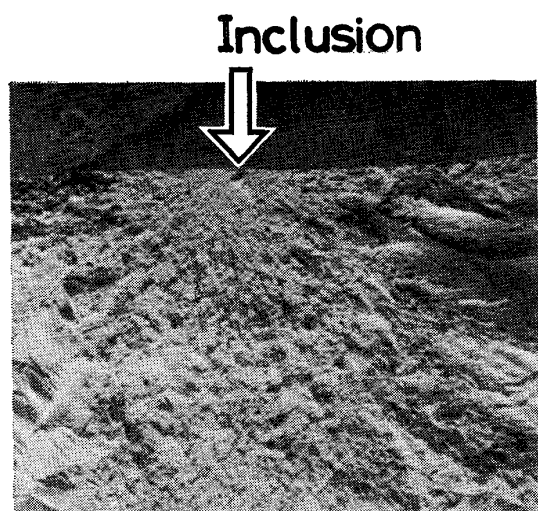


Fig. 5. Absorbed energy of the HIP products of the SKH 57 powders and that of the SKH 57 steel.

の方が、粉末同志の結合が強固になることを示すと思われる。一方 Fig. 4 および Fig. 5 から明らかなように、水噴霧粉の熱間静水圧縮材の抗折力および吸収エネルギーのばらつきは溶製材に比較して大きい。そこでばらつきの原因を調べるため、熱間静水圧縮材の抗折試験片の破面を観察したところ、破壊の起点と推定される領域に Photo. 3 のような欠陥が存在することが判明した。欠陥の長軸の長さを測定し、抗折力をプロットしなおした結果を Fig. 6 に示すが、欠陥が大きいほど抗折力が



($\times 20$)

Photo. 3. A scanning electron micrograph showing fracture surface of the HIP SKH 57 powders, quenched from 1220°C into oil, followed by triple tempering at 550°C for 1 h.

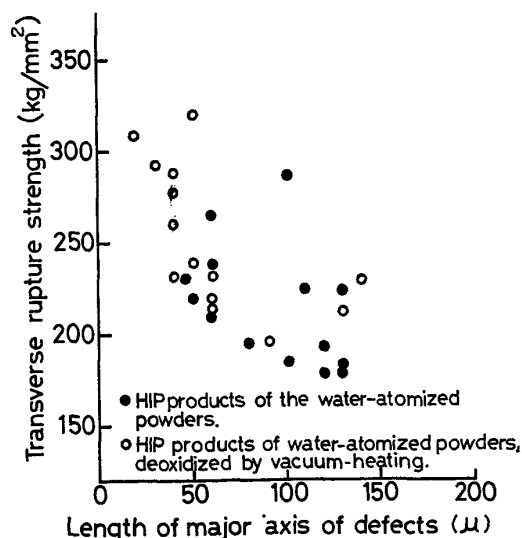


Fig. 6. Relation between transverse rupture strength and length of defects in the HIP products of the SKH 57 powders.

低下する傾向が認められ、とくに約 50μ 以上の粗大欠陥が存在する領域において、抗折力の低下が著しい。欠陥を非分散走査型電子顕微鏡で分析すると、大部分の欠陥から Al, Si, Ca などが同時に検出され、スラグが混入していることが判明した。実験方法で述べたように、本実験では 1 回の粉末製造量が約 2 kg で、約 10 s で噴霧が完了するため、溶鋼表面に浮上しているスラグの除去が困難であつたことが粉末中にスラグが混入する一因になったと考えられる。なお Fig. 6 から混入介在物の大きさを約 10μ 以下にすることができれば、水噴霧粉を熱間静水圧縮で緻密化した材料を熱処理することで、約 300 kg/mm^2 以上の抗折力が得られると予想されるが、これについては今後の検討課題である。

酸素量約 1000 ppm の水噴霧粉およびこれを真空加熱して酸素量を約 300 ppm に低減した粉末を熱間静水圧縮し、さらに鍛造比 4 の比較的軽度の熱間鍛造を約 1050°C で行なつた材料について、既に述べた熱処理を行なつて抗折力を測定し溶製材と比較した結果を Fig. 7 に示す。不規則形状の水噴霧粉を用いた場合、粉末中の酸素量が高くても熱間で軽鍛造することによつて、溶製材の 1.4~1.5 倍程度高い抗折力が得られる。

球状のガス噴霧粉の熱間静水圧縮材では高い抗折力が得られないことを既に指摘したが、不規則形状の水噴霧粉（酸素量約 300 ppm）80% と球状のガス噴霧粉（酸素量約 100 ppm）20% とを混合した粉末を既に述べた条件で熱間静水圧縮し、熱処理して抗折力を測定した結果を Fig. 8 に示す。水噴霧粉の熱間静水圧縮材の約 60% 程度の抗折力で、ガス噴霧粉単独の熱間静水圧縮材とほぼ同程度の低い抗折力しか示さない。抗折試験片の破面を Photo. 4 に示すが、球状のガス噴霧粉がそのまま残留し、これが欠陥となつて抗折力が小さくなることを示唆している。抗折力を増加するには、緻密

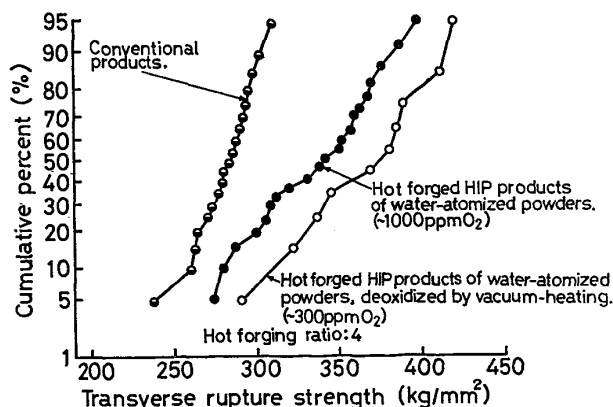


Fig. 7. Effect of hot forging the HIP products on transverse rupture strength.

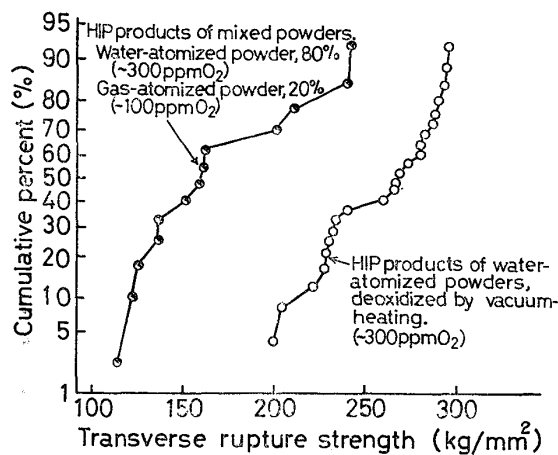
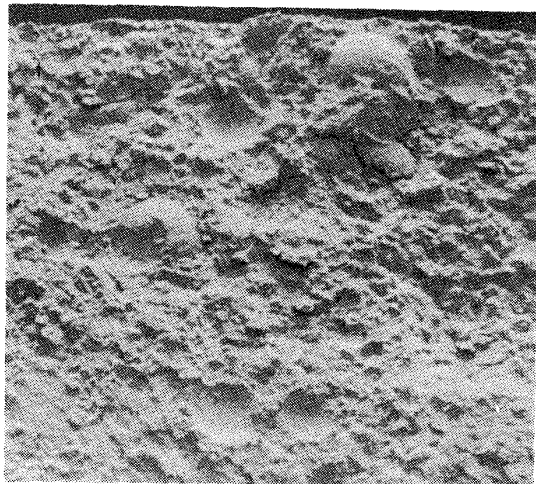


Fig. 8. Effect of adding the spherical gas-atomized powders on the transverse rupture strength of the HIP products of the SKH 57 powders.



($\times 50$)

Photo. 4. A scanning electron micrograph showing the fracture surface of the HIP products of water-atomized powder 80% and gas-atomized powder 20%. The specimen was quenched from 1220°C into oil, followed by triple tempering at 550°C for 1 h.

体を熱間で加工して球状粉を破壊するような塑性流動を加える必要があると思われる。

熱間静水圧圧縮による緻密化材の機械的性質には、粉末形状の影響が顕著にあらわれることを明らかにしたが、緻密化時に塑性流動をともなう焼結鍛造による圧密化材の機械的性質におよぼす粉末形状の影響についても検討した。すなわち内径 40 mmφ、重さ 70 mm1、肉厚 3 mm の軟鋼缶に水噴霧粉（酸素量約 300 ppm）およびガス噴霧粉（酸素量約 100 ppm）を 300 MPa で充填し、1200°C、10 min 加熱後ダイナパックで圧密化し、

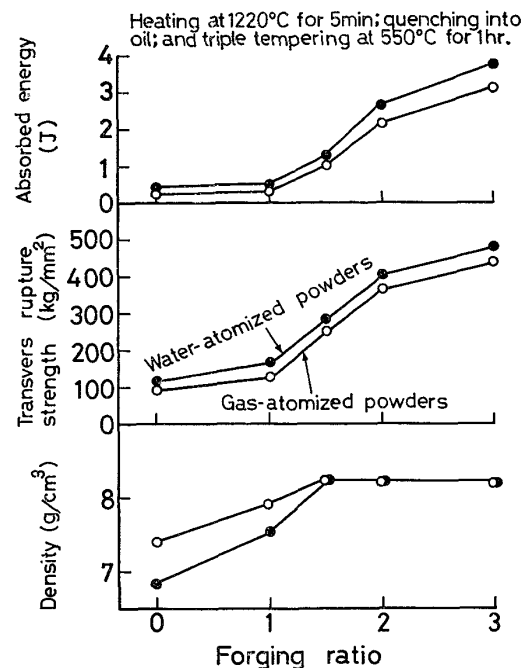


Fig. 9 Effect of hot swaging on the strength and the density of the sintered SKH 57 powders.

さらに約 1050°C で熱間スエージ加工で鍛造した圧密化材について既に述べた熱処理を行ない、抗折力、吸収エネルギーを測定した。結果を Fig. 9 に示すが、いずれの鍛造比においても不規則形状の水噴霧粉を用いる方が球状のガス噴霧粉を用いるよりも高い抗折力と吸収エネルギーが得られる。とくに注目されるのは、鍛造比 1.5 以下で水噴霧粉の圧密材の密度が小さい範囲でも比較的高い抗折力が得られることで、塑性流動をともなう緻密化法においても不規則形状粉を用いる方が高い抗折力が得られることを示している。したがって焼結高速度鋼の製造において球状粉を用いる場合には、熱間で大きな塑性流動を加えて原料粉を破壊するようにしないと抗折力を十分増加できないと考えられる。

4. 結 言

本研究の結果を要約すると次のとおりである。

(1) 高速度鋼噴霧粉を熱間静水圧圧縮した緻密材の抗折力を高めるには粗大介在物を減らすことが重要であるとともに原料粉末の形状に影響され、不規則形状の水噴霧粉の緻密材の方が球状のガス噴霧粉の緻密材よりも抗折力大きい。

(2) 不規則形状の水噴霧粉と球状のガス噴霧粉とを混合した粉末を熱間静水圧圧縮で緻密化するだけでは、ガス噴霧粉単独の緻密材と同程度の低い抗折力しか得ら

れない。

(3) 緻密材を熱間鍛造すると、著しく抗折力を改善できるが、とくに不規則形状粉を用いると、比較的軽度の熱間鍛造で抗折力を十分改善できる。しかし球状粉の場合には、熱間で大きな塑性流動を加えて原料粉の形状を破壊するようにしないと抗折力を十分増加できない。

以上の研究を行なうに当り、御支援をいただいた日立金属株式会社末永允博士ならびに日立研究所飯塚富雄部長に深甚なる謝意を表する。

文 献

- 1) P. HELLMAN: Iron Steel, Special Issue, (1970),

- p. 49
2) E. J. DULIS and T. A. NEUMEYER: Materials for Metal Cutting ISIP 126, p. 81
3) I. STRÖMBLAD: Proc. Intern. Conf. Sci. Technol. Iron Steel, Supple. Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 319
4) 滝川 博, 石井 勝, 井上陽一: 粉体粉末冶金協会 51 年度秋季大会講演概要集, (1976), p. 72
5) 安藤 寿, 岡山 昭, 添野 浩: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 130; 61 (1975), p. 2629; 63 (1976), p. 1000
6) 岡山 昭, 添野 浩, 安藤 寿: 粉体および粉末冶金, 24 (1977), p. 205