

## 鉄系工具材料の材料特性に及ぼす混合条件の影響

河合伸泰\*・丸山太平\*\*

### Effect of Mixing Condition on Material Properties of Ferrous Sintered Tool Steels

Nobuyasu Kawai and Taihei Maruyama

Powder Metallurgical HIP'ed (P/M HIP'ed) high speed tool steels have better mechanical properties but lower notched ductility than those of conventional tool steels due to uniformly distributed fine carbides. Therefore it is thought to be a useful means to add properly larger carbides to high speed steel powder. This paper describes the mechanical test results of WC carbide added tool steels prepared with wet type ball mill and dry type V mixer. 9.3 and 17 volume % of WC added high speed steels were investigated in terms of bend test, hardness test, fractal dimension, carbide distribution and so on in comparison with conventional and commercial P/M HIP'ed high speed steels. As a result it was found that lower bend strength, lower hardness and lower fractal dimension for 9.3 and 17 volume % WC steels were obtained than for conventional and P/M HIP'ed steels due to agglomerated carbides.

Keywords: powder metallurgy, high speed steels, WC size distribution, bend strength, surface roughness, fractal dimension

#### 1. 緒言

鉄系焼結工具材料、すなわち、粉末高速度鋼（ハイス）は微細で均一に分布した炭化物により通常の溶製ハイスよりも熱処理ひずみが少なく、高硬度が得られ、切欠きの無い状態では、靱性が高いなど良好な特性を持つために近年では広く用いられるようになっている。しかし、唯一の欠点として切欠き靱性がやや低く、小さな亀裂が金型やパンチなどの部材中に存在すると突然に破壊する現象も見られる。この原因はあまりにも微細な炭化物が原因と考えられ<sup>1)</sup>、炭化物のサイズと分布をコントロールすることが安定した特性を示すために必要である。このような観点から本研究では振動ボールミルを用いた湿式混合法とV型ミキサを用いた乾式混合法により適度に大きなWC粉末を添加してその機械的性質を調べた結果を以下に報告する。

---

\*機械工学科 \*\*機械工学専攻大学院生

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材料

本実験で使用した供試材料は Table 1 の通りである。

Table 1 Materials used for This Study

Mark		Mixing	Mixing condition
A	9.3vol.%WC added SKH55	Dry, V Mixer	20 rpm, 1.8ks.
B	17vol.%WC added SKH55	ibid	ibid
D	9.3vol.%WC added SKH55	Wet, Ball Mill	200rpm, 1.8ks
E	17vol.%WC added SKH55	ibid	ibid
C	Conventional SKH55	-	-
H	Powder HIPed SKH55	-	-

注) 上記の記号 C は市販溶製材、記号 H は市販粉末 SKH55 HIP 材

なお、使用した母粉末は SKH55 粉末\* (株神戸製鋼所製) であり、その粒径は <45 $\mu$ m (以下 -45 $\mu$ m と表示) である。

\* 公称化学成分 : Fe-6%W-5%Mo-4%Cr-2%V-8%Co-1.3%C (質量%)

また、添加した WC 粉末は WC60 (株アライドマテリアル製) で、FSSS\*\* 粒径は 6.2 $\mu$ m である。

\*\* Fisher Sub Sieve Sizer (空気透過法)

### 2.2 ふるい分け

振動ふるい機により入手ままの粉末を 45 $\mu$ m のふるいを用いてふるい分け、ふるい網を通った -45 $\mu$ m 粉末のみを使用した。

### 2.3 混合

Table 1 の記号 A、B では、-45 $\mu$ m の母粉末 50g に WC60 粉末を各 10g、20g 添加し、V ミキサで 20rpm、1.8ks 乾式混合した。また、記号 D、E では、同じく母粉末 50g に WC60 粉末を各 10g、20g 添加し、軸受用鋼球 SUJ2 ( $\phi$ 5mm) 700g、エタノール 70ml とともに SUS 製容器に入れ、ドイツ Fritsch 社製振動ボールミルで 200rpm (公転)、1.8ks 湿式混合した。

### 2.4 ろ過、乾燥

湿式混合後のスラリーを PTFE (ポリテトラフルオロエチレン) 製 0.25 $\mu$ m フィルタ、サクシオンポンプ (ミルトンロイ社) を使用して粉末とエタノールを分離した。その後、フィルタ上の混合粉末をビーカー内に入れ、加熱攪拌しながら乾燥した。

### 2.5 粉末充填

SUS304 パイプ (外径 9.53mm、内径 7.53mm、長さ 200mm) の一端を万力で平たく潰し、

TIG 溶接により溶接封止した。ついで、これに上記の混合粉末を充填し、開いているもう一端から真空引きをしながら TIG 溶接で密封した。

## 2.6 熱間等方圧加圧 (HIP) 処理、鍛造

HIP 処理条件は外部 (株金属技研) に委託した。その条件は 1423K、118MPa、18ks である。その後、HIP 処理材を 1323K、1.8ks 加熱してハンマーによる鍛造を行った。

## 2.7 機械加工、熱処理

HIP-鍛造材を平面研削盤により 9mm×5mm×24mm に加工し、以下の条件で熱処理を行った。この熱処理条件は切削工具用ではなく、金型用の熱処理である。

熱処理条件

焼入れ : 1273K×0.6ks (加熱後水冷)

焼戻し : 813K×3.6ks×2回

## 2.8 仕上げ加工

表面の脱炭層を除去するために片側 0.5mm ずつ研削し、8mm×4mm×24mm に仕上げた。これらの試験片の表面粗さが 3 $\mu$ m 以下であることをレーザ顕微鏡 (Keyence 製 VF-1570) により確認した。

## 2.9 曲げ試験、密度測定、硬さ測定

スパン間距離 20mm の 3点曲げ試験治具を用いて曲げ強さを測定した。また、比重ビンを用い、アルキメデス法により密度測定を行った。測定に先立ち HIP 処理後の材料が真密度でない可能性もあるため、気孔を封じるためにパラフィンワックスを溶かして、その中に試験片を浸し、その後、表面のパラフィンワックスをウェスで拭き去った。さらに硬さ測定をロックウェル B スケールとビッカース (測定荷重 10kg) 試験機により行った。

## 2.10 金属組織、破面粗さ

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> スラリーによってバフ研磨を行い、SEM により炭化物の分布状態を撮影した。また、Fe、W、Cr、V、Mo、Co の分布状態を測定した。測定した炭化物分布状態を画像解析ソフト Image-Pro Plus により解析した。さらに 3点曲げ試験によって破断した面の中心部 1mm×1mm をレーザ変位計により測定し、二川ら<sup>2)</sup>が開発した BASIC プログラムにより、フラクタル次元を求めた。

# 3. 実験結果

## 3.1 混合状態

Fig.1 に混合粉末の SEM 写真を示す。乾式混合した粉末 (a) では、母粉末 SKH55 の球形が保持されていることがわかる。それに対して湿式混合粉末 (b) では、振動ボールミルのボールの衝突による粉砕力が強く、球形の母粉末 SKH55 が一部粉砕されていることがわかる。また、添加された WC 粉末の凝集は乾式混合粉末に多く見られる。

## 3.2 密度

各試験片の密度を Table 2 に示す。C (溶製材) の計算値として (社) 特殊鋼倶楽部<sup>3)</sup>に示さ

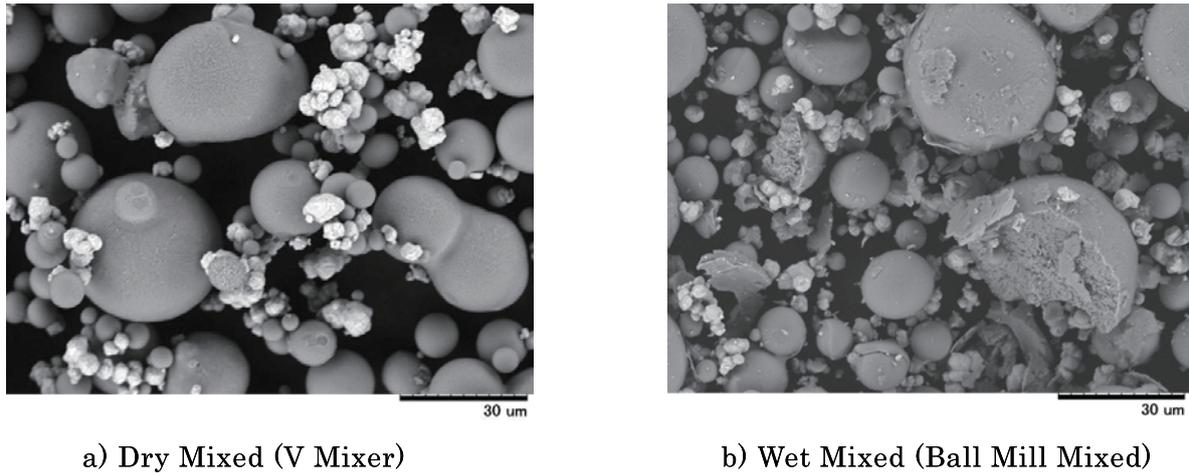


Fig.1 SEM Photograph of Mixed Powders (9.3 volume % WC)

れた値を使用した。H (HIP 材) の計算値は同じ値を使用し、A~E の計算値は C、H の  $8.13\text{Mg/m}^3$  と WC の比重<sup>4)</sup>  $15.7\text{Mg/m}^3$  の値から求めた。市販されている C と H の測定値が特殊鋼倶楽部の引用値に比べて低い値になっているが、この原因は下記のように考えられる。試験片 A~E が低密度の可能性があり、アルキメデス法での測定中に気孔に水が浸入することも考えられるため、気孔に水が浸入しないように測定前に C、H も含めてパラフィンワックス処理を行っている。そのためにウェスによりパラフィン除去を行ってはいるが、少量付着して密度が低下したものと考えられる。また、C と H は市販品であるから両者ともに真密度と思われるので、今回の測定値が  $0.13\sim 0.14\text{Mg/m}^3$  低く出ていることを考慮して A、B、D、E の測定値に  $0.14\text{Mg/m}^3$  加えてノーマライズした値を Table 2 の 2 段目に示した。B はほぼ真密度、その他の 3 つは真密度に達していない。

Table 2 Density of Samples

	(Mg/m <sup>3</sup> )					
	A	B	D	E	C	H
Measured density	8.9	10.13	9.02	9.43	7.97	7.99
Normalized density	9.04	10.27	9.16	9.57	8.11	8.13
Calculated density	9.38	10.26	9.38	10.26	8.13	8.13

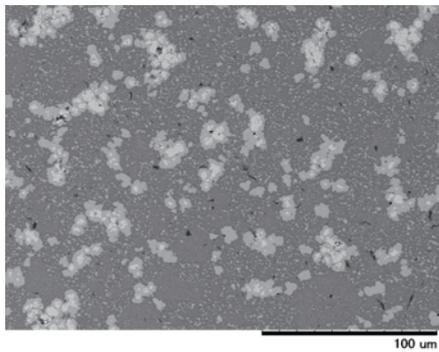
### 3.3 曲げ強さおよび硬さ

3 点曲げ強さおよびロックウェル硬さ (B スケール)、ビッカース硬さ (HV) を Table 3 に示す。試験材 A、B、D、E の 3 点曲げ強さについては、万能試験機の最低スケールでも検出できないほどの低荷重で破壊し、曲げ強さを求めることができなかった。これは後述するように炭化物が凝集し、母粉末の周りを取り巻いていること、Table 2 に示したように A、D、E は密度が低いことが原因と考えられる。硬さについては、試験材すべてにおいて値が低い、これは切削工具用ではなく、焼入れ温度の低い金型用の熱処理をしているためである。しかし、その中で特に低い値を示している試験材 A と E は密度が低いためであり、また、試験材 C (溶製材) の低い原因

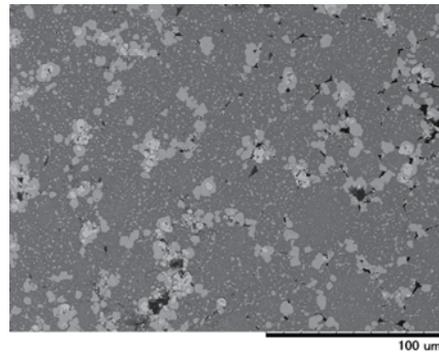
は、金属組織を再確認したところ脱炭層が残っていたためであることがわかった。

Table 3 Bend Strength and Hardness

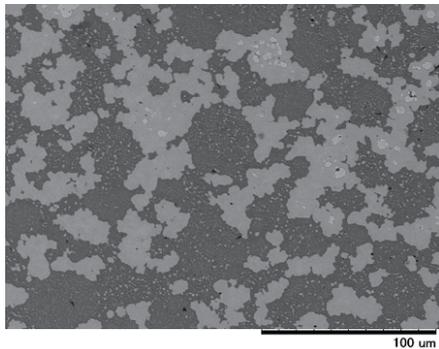
	A	B	D	E	C	H
Bend Strength (GPa)	-	-	-	-	3.04	3.1
Hardness (HRB)	122	121	123	123	119	123
Hardness (HV)	759	835	855	763	681	849



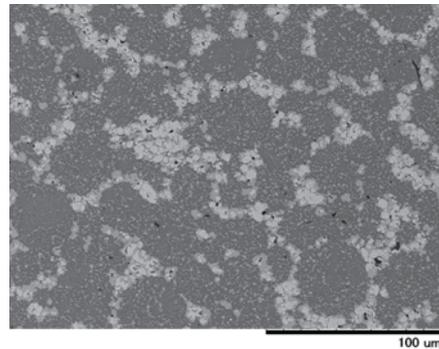
a) Sample A (9.3%WC Dry Mixing)



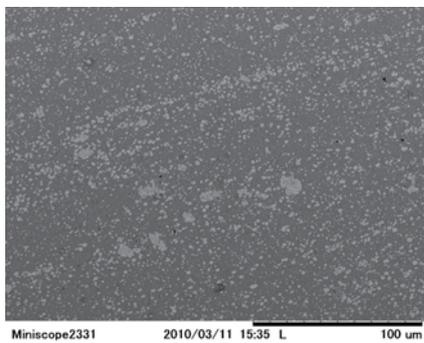
b) Sample D (9.3%WC Wet Mixing)



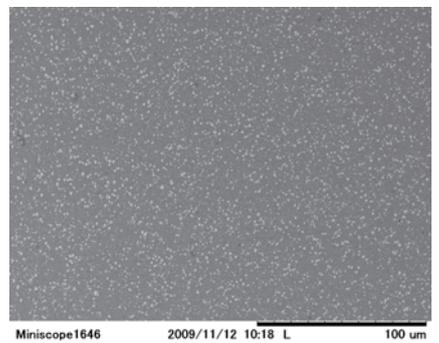
c) Sample B (17%WC Dry Mixing)



d) Sample E (17%WC Wet Mixing)



e) Sample C (Conventional SKH55)



f) Sample H (Powder HIP'ed SKH55)

Fig.2 Microstructures of Test Samples

## 3.4 固化材の金属組織

HIP 処理後の金属組織を Fig.2 の a)、b)、c)、d)、e)、f)に示す。a)~d)は今回の WC 添加試験材であり、e)、f)は比較材である。a)~d)の写真を見ると、WC が 9.3 volume%と添加量が少ない a) 試験材 A、b) 試験材 D の WC は比較的均一に分散されているが、添加量が 17 volume %と多い c) 試験材 B、d) 試験材 E では WC 炭化物が SKH55 母粉末の周りを取り巻くように凝集した状態が見られる。しかし、他の部分を見ると 9.3%WC 添加の試験材 A と D でも部分的に WC が母粉末を取り巻いている状態が観察できた。

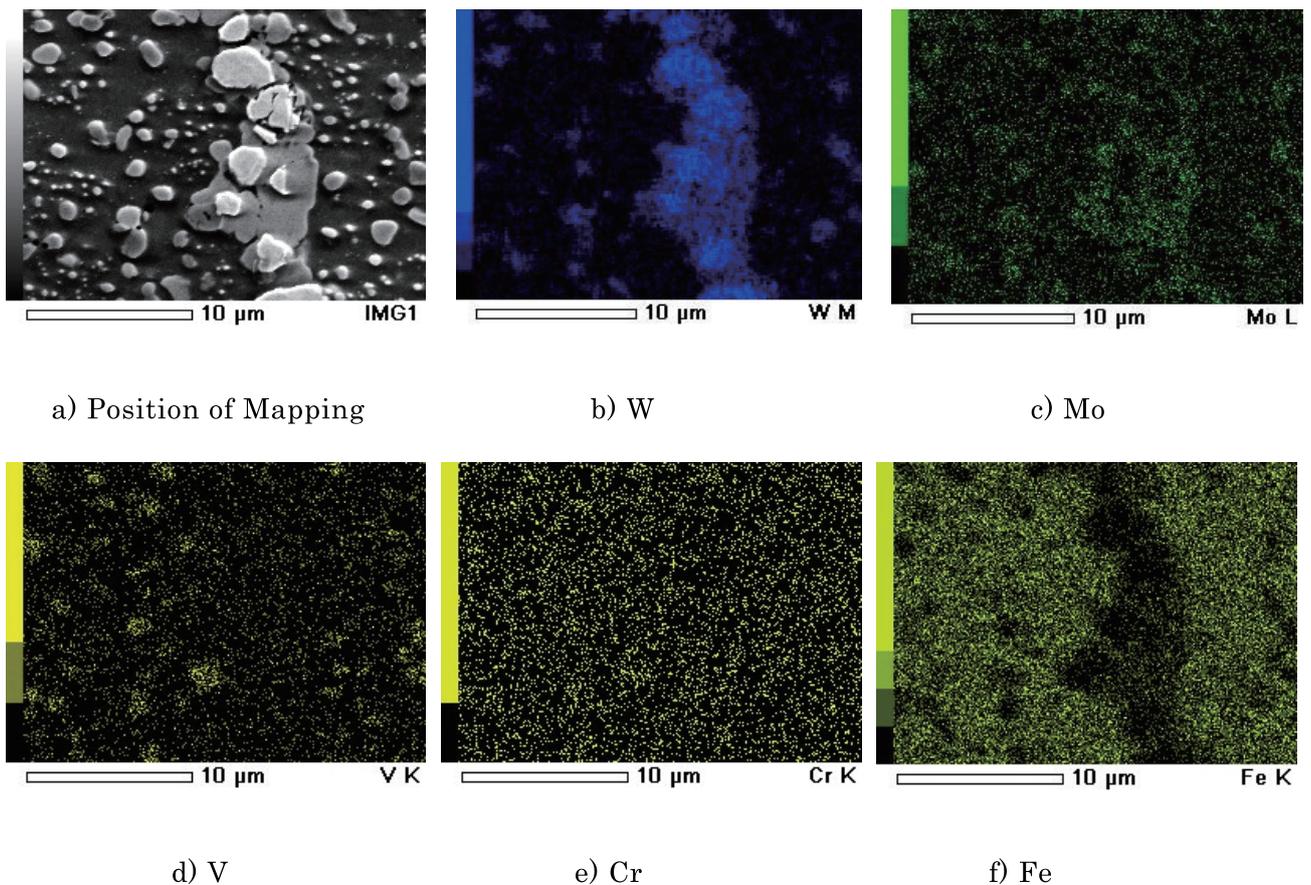


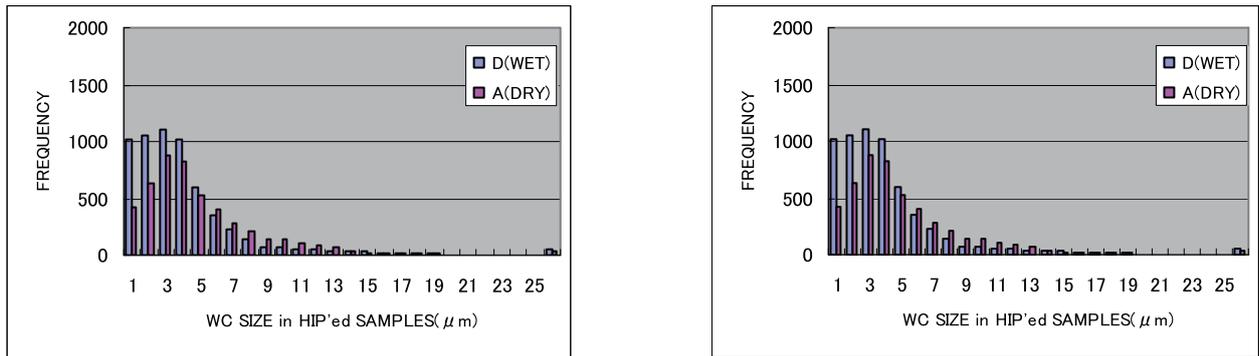
Fig.3 Elemental Maps of Sample D (9.3 volume %, Wet Mixing)

また、合金元素の分布状態を SEM で調べた結果を Fig.3 に示す。9.3 volume% WC 添加の湿式混合材 D の各元素分布を示したが、a)にあるような凝集した WC は他の試験材中にも見られるので、代表して D 材の例を示した。b)の W 分布は凝集炭化物 (WC) の中心 (明るい) 部分に多く、周辺部は少ないことがわかる。c)の Mo は逆に凝集炭化物の周辺部に多く、中心部に少ない。これは SKH55 母粉末中の Mo が WC 凝集部に拡散したためである。d)の V については WC 部分への拡散はほとんど見られず、SKH55 母粉末部に MC 炭化物として存在しているものと思われる。e)の Cr 分布は全体にわたって均一であり、母粉末部のマトリクスにも炭化物中にも存在して

いる。f)の Fe についてはマトリクスにのみ存在していることがわかる。このような大きな凝集 WC は金属組織的な不均質性を示すばかりでなく、破壊の起点として働くため<sup>5)</sup>、できるだけ凝集の少ない原料 WC を使用し、混合時に破碎できることが望ましい。以下に炭化物分布曲線について詳述するが、組織観察時にも湿式混合のほうがやや粗大な凝集 WC が少ないことを確認している。

3.5 固化材中の WC 炭化物分布

HIP 固化材中の WC 炭化物分布を画像解析ソフト Image-Pro Plus で測定したところ、Fig.4 に示す結果が得られた。a)の 9.3%材では、乾式混合材の 6 $\mu$ m 以上の WC 粒径で湿式混合材より



a) 9.3 Volume % WC

b) 17 Volume % WC

Fig.4 Comparison of WC Size Distribution between Dry and Wet Mixed Samples

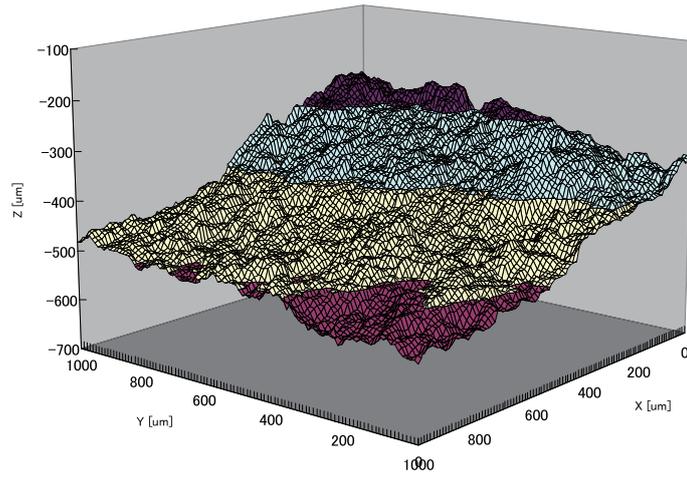
多いことがわかる。b)の 17%材では、WC が 3 $\mu$ m 以上で同様に乾式混合材の方が湿式混合材よりも多い。これは原料段階で凝集していると思われる数 $\mu$ m 以上の WC が湿式混合時にボールとの衝突により破碎されたためと思われる。乾式混合では粉末は V 型の混合容器内を移動するだけであり、破碎力としては湿式混合に比べて弱いため、原料状態の凝集がそのまま残っている。両材ともに 25 $\mu$ m 以上のところでは逆に湿式混合材が乾式混合材よりも多いが、これはボールミルの機構上硬い粉末粒子は破碎されるが、塑性変形能を有する金属系の粉末では凝着が起こり、粒子が成長することが原因と思われる<sup>6)</sup>。

3.6 破断面の表面粗さ

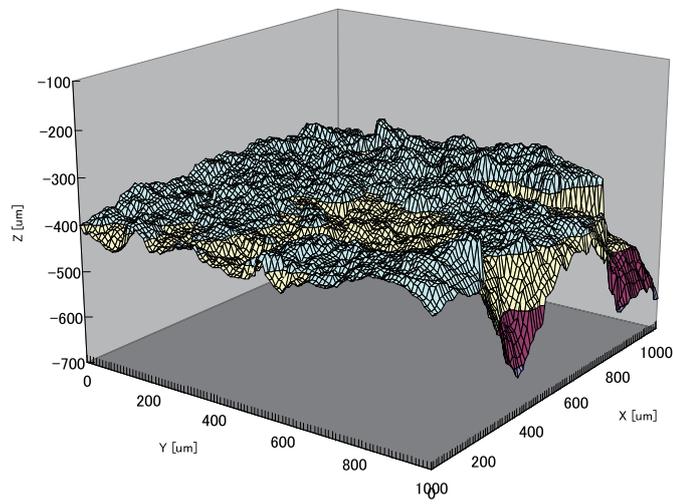
3 点曲げ試験により破断した面の中心部 1mm $\times$ 1mm をレーザ変位計により測定し、その Z 軸 (高さ) 方向のデータを csv 形式に変換し、Excel で描画した例を Fig.5 に示す。これらの図から試験材 C (溶製材) の凹凸が大きいことがわかる。また、定量的にこの凹凸を示すために二川の開発した計算プログラム<sup>2)</sup>を用いてフラクタル次元を求めた結果が Table 4 である。

Table 4 Fractal Dimensions of Fractured Surface Roughne

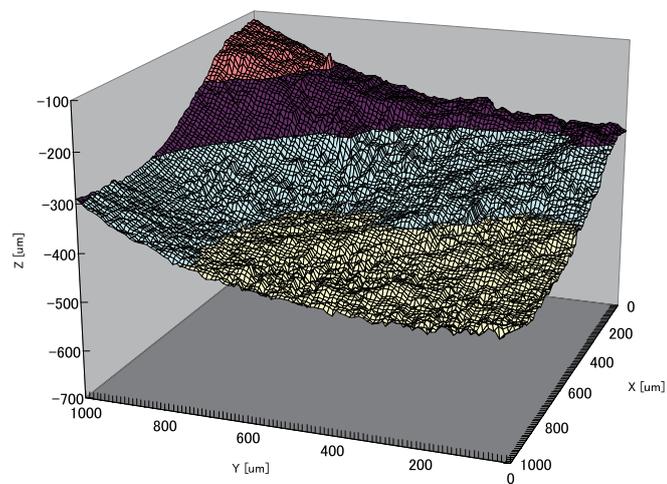
	A	B	D	E	C	H
Fractal Dimension	2.16	2.13	2.19	2.22	2.23	2.17



a) Sample D (9.3 volume % WC)



b) Sample C (Conventional SKH55)



c) Sample H (P/M HIP'ed)

Fig.5 Appearance of Fractured Surface

滑らかで平らな平面のフラクタル次元は 2.00 であり、凹凸が大きくなるにしたがって 3.00 に近づいてゆくが、Table 4 の各値を見ると予想通り C の溶製材の値が 2.23 と最も大きかった。ついで E (17%WC、湿式) が 2.22、D (9.3%WC、湿式) が 2.19、H (市販 HIP 材) が 2.17、乾式混合の A と B は 2.16、2.13 と最も小さい値になった。これらの試験材はほとんどが元の粒子表面にある WC の凝集部分あるいは気孔を破壊の起点とし、亀裂が母粉末表面の WC 粒子を伝播して破壊していると考えられる。湿式混合材 D、E では先に見たように SKH55 母粉末が粉砕され、凹凸のある母粉末の周りを WC が取り巻いているため、その母粉末表面の凹凸がフラクタル次元の値に反映されたものと考えられる。このように考えると乾式混合材の値が小さいことも説明できる。

#### 4. 結言

今回の研究では課題も多く見つかった。試験片の密度が十分に高いものばかりでないこと、WC の添加量が多いことなどである。前者の密度が十分に高くない問題については、HIP 処理時に圧力媒体である Ar ガスが密封したはずのパイプ内に浸入したためと思われるので、TIG 溶接技術を十分に磨いて試験材を作製する必要がある。また、添加量に関しては、Fig.6 に示す程度の WC

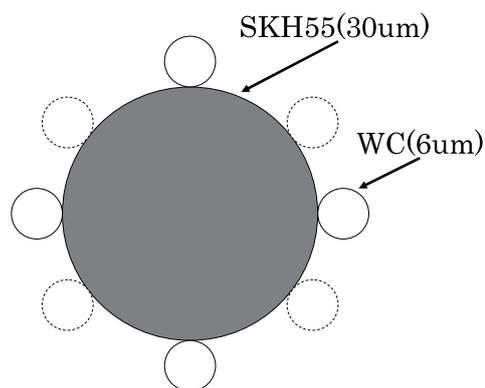


Fig.6 Image to calculate optimum WC content

量、すなわち、母粉末の平均粒径を  $30\mu\text{m}$  と仮定し、WC の平均粒径を  $6\mu\text{m}$  として、母粉末の周りに平均 4 個 WC 粒子が存在するものとする、3 vol.% 程度の WC 添加量となる。このことから、今回の実験では非常に多い WC を添加していることになり、今後は添加量を減らして最適添加量の検討を行うとともに、市販されている凝集の少ない WC 原料粉末を調査して使用することが必要である。

#### 参考文献

- 1) 納富完至、古田誠矢、寫本 晁、河合伸泰：粉体および粉末冶金、**30** (1983)、162
- 2) 二川知久、河合伸泰：粉体および粉末冶金、**51** (2004)、522
- 3) (社) 特殊鋼倶楽部 工具鋼無計量化部会 工具鋼無軽量化実施規程、(2003)、5
- 4) 榊アライドマテリアルからの私的情報
- 5) 清永欣吾：工具鋼、日本鉄鋼協会、東京、(2000)、173
- 6) ASM HANDBOOK Volume7 Powder Metal Technologies and Applications, (1998)、60

(平成 22 年 3 月 31 日受理)