

公告本

I290073

96年2月6日修(改)正本

發明專利說明書

中文說明書替換本(96年2月)

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：094119717

※ 申請日期：94.6.14.

※IPC 分類：B22F $\frac{3}{12}$, $\frac{3}{14}$; C22C $\frac{33}{02}$

一、發明名稱：(中文/英文)

燒結金屬零件及其製造方法
SINTERED METAL PARTS AND METHOD FOR THE
MANUFACTURING THEREOF

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

瑞典商好根那公司
HOGANAS AB

代表人：(中文/英文)

克雷斯 林可維斯特
LINDQVIST, CLAES

住居所或營業所地址：(中文/英文)

瑞典好根那市
SE-263 83 HOGANAS, SWEDEN

國 籍：(中文/英文)

瑞典 SWEDEN

三、發明人：(共 2 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 安德斯 伯格馬克
BERGMARK, ANDERS

2. 菅野 光輝
KANNO, KOKI

國 籍：(中文/英文)

1. 瑞典 SWEDEN

2. 日本 JAPAN

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 瑞典；2004年06月14日；0401535-0

2.

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.

2.

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

96年2月6日修(更)正替換頁

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於粉末冶金技術，更明確關於具有改良疲勞性能之預合金化鉻粉末金屬零件。

【先前技術】

通常，由粉末冶金技術製造的燒結產物比通過鍛造和滾軋步驟獲得的錠鋼在花費上有利，且廣泛在(例如)機動車輛中用作零件。但，經燒結的產物具有在製造過程期間不可避免形成的孔隙。與完全緻密材料比較，經燒結粉末冶金材料的此等保留孔隙損害材料之機械性能。此係孔隙作為應力集中之結果，亦因為孔隙在應力下降低有效體積。因此，以鐵為主粉末冶金材料的強度、延展性、疲勞強度、宏觀硬度等隨孔隙度增加而降低。

儘管其疲勞強度較低，但，以鐵為主的粉末冶金材料仍在一定範圍用於需要高疲勞強度之零件。Distaloy[®] HP(可自瑞典，Höganäs AB[®]獲得)為一種可用於高性能用途之鋼粉末。在此Distaloy[®]粉末中，基礎粉末用昂貴合金元素鎳合金化。該高作用材料相對昂貴，因此，需要至少具有優良疲勞強度之廉價材料。

改良粉末冶金鋼疲勞性能的一個途徑為第二操作。全部硬化、表面硬化或珠擊法處理(或組合)為得到零件最高可能抗疲勞性的可能方法。為利用在表面中壓縮殘餘應力的有利影響，一般進行珠擊法處理。開到表面的孔隙為粉末冶金材料中的弱點。此等孔隙至少部分由引入表面壓縮殘

餘應力而抑制。

經緊壓零件的珠擊法處理揭示於(例如)美國專利第6 171 546號。根據此專利，在珠擊法後進行最終燒結步驟。以鐵為主的含(例如)鎳之粉末用作原料。如上所示，由於鎳昂貴，對不含鎳的粉末需要正在增加。利用含鎳粉末的其他缺點為起塵問題，起塵可在處理粉末期間發生，並可導致產生少量過敏反應。因此，應避免使用鎳。美國專利申請案第2004/0177719號亦關於一種包括珠擊法處理之方法。更明確而言，該申請案揭示一種方法，其中使經緊壓零件的部分表面在燒結後經過珠擊法處理。根據此申請案，為改良最終緊壓零件之性能，需要一種包括粉末鍛造或上漿之緻密方法。

本發明一個目的為提供製備具有高疲勞強度之粉末冶金零件而無需任何達到芯緻密之步驟之成本有效方法。另一目的為提供包括不含鎳之粉末材料之方法。

【發明內容】

已意外地發現，藉由珠擊法處理自具有低含量鎳和鉬的以鐵為主之粉末製備之經燒結零件，可獲得具有高疲勞強度之零件。

本發明所用的粉末為包括低量鉻和鉬之預合金化以鐵為主的粉末。較佳量為1.3-3.5重量%之鉻和0.15-0.7重量%之鉬。粉末亦可包含少量0.09至0.3重量%之錳及不可避免的雜質。此等粉末經美國專利第6 348 080號及WO 03/106079而為已知。

使基礎粉末進一步與石墨混合，以獲得所需材料強度。與以鐵為主粉末混合的石墨之量為0.1至1.0%，較佳0.15至0.85%。將粉末混合物在模中緊壓，以產生生體。緊壓壓力為至少600百萬帕斯卡，較佳至少700百萬帕斯卡，更佳800百萬帕斯卡。緊壓可藉由冷緊壓或熱緊壓進行。緊壓後，將所得生件在高於1100℃之燒結溫度燒結，較佳高於1220℃。燒結氛圍較佳為氮氣和氫氣之混合物。在燒結製程中的正常冷卻速率為0.8℃/秒，在0.5℃/秒和1.0℃/秒間之範圍較佳。燒結密度較佳高於7.15克/釐米³，更佳高於7.3克/釐米³。利用較低鉻和鉬含量，經燒結材料中的所得微結構主要為細珠光體(pearlitic)，對於略高鉻和鉬含量，則為麻田散鐵型(martensitic)或較低貝氏型(bainitic)。

已意外地發現，彎曲疲勞極限顯著增加可藉由珠擊法處理經燒結的低鉻粉末材料而獲得。特別顯著增加對切口零件獲得，在此，可自以下實例看到，可獲得大於50%且甚至大於70%增加。由阿爾曼(Almen)A強度界定的珠擊法處理度較佳在0.20和0.37毫米之間。

為使性能更加改良，可在珠擊法處理之前進行第二操作，例如，全部硬化及表面硬化。因此，在全部硬化及隨後回火後，材料為主要為麻田散鐵型，且疲勞極限由珠擊法處理而增加。在表面硬化期間形成的表面中的麻田散鐵型或信形成對疲勞極限有利的壓縮應力。

燒結硬化為在燒結製程中應用的選擇性方法。燒結硬化在零件燒結製程結束利用強制冷卻，這產生硬化結構。

疲勞試驗對應力集中因數 K_t 為1.38之切口樣品及未切口樣品進行。試驗顯示，對切口樣品珠擊法處理時比對未切口樣品進行珠擊法處理時顯示更大彎曲疲勞極限增加。在本文中，"切口"指具有高於1.3之應力集中因數之樣品或零件。

【實施方式】

本發明由以下非限制實例說明。

實例 1

在研究中包括兩種預合金化基礎粉末 Astaloy[®] CrL 和 Astaloy[®] CrM 及一種擴散合金化基礎粉末 Distaloy[®] HP。Distaloy[®] HP 用 Ni 和 Cu 擴散合金化，且用 Mo 預合金化。在此研究中包括的三種材料顯示於表 1 中。

表 1

材料	Ni [%]	Cu [%]	Mo [%]	Cr [%]
Astaloy CrL			0.2	1.5
Astaloy CrM			0.5	3.0
Distaloy HP	4.0	2.0	1.5	

以下給出關於製程參數、密度和碳含量的詳細資料。在表 2 中對利用約 0.8°C/秒冷卻速率在 90/10 N₂/H₂ 中燒結 30 分鐘的不同合金顯示未切口樣品的平面彎曲疲勞性能。對未切口樣品的疲勞試驗利用具有削邊的 5 毫米 ISO3928 樣品進行。試驗在以負荷比 R=-1 彎曲的四點平面進行。在階梯中以 13-18 個樣品使用階梯方法，且 2 百萬個週期作為突破極限。階梯評估(staircase evaluation)(50% 概率疲勞極限及標準偏差)根據 MPIF 56 標準進行。試驗頻率為 27-30 赫茲。

96年2月6日修(1)此修稿

表 2

粉末	密度 [克/釐米 ³]	經燒結碳 [%]	$\sigma_{A, 50\%}$ [百萬帕斯卡]	標準偏差 [百萬帕斯卡]	$\sigma_{A, 90\%}$ [百萬帕斯卡]
Astaloy CrL	7.17	0.60	244	7	234
	7.16	0.80	267	5	260
Astaloy CrM	7.06	0.35	284	7.0	274
	7.04	0.56	316	8.4	300
Distaloy HP	7.13	0.65	295	22.5	261
	7.13	0.85	330	<5	>322

具有低於 0.6% 燒結碳和冷卻速率約 0.8°C/秒之 Astaloy CrL 之微結構為較高貝氏型。高於 0.74% 的增加碳使微結構改變成細珠光體。

1120°C 燒結的 Astaloy CrM 材料和冷卻速率 0.8°C/秒及利用 0.32% 和 0.49% 間燒結碳含量之微結構分析顯示稠密較高貝氏型微結構。稠密較高貝氏型具有與常規較高貝氏型相同的特徵，即鐵素體(ferrite)和滲碳體(cementite)之不規則混合物。差異為碳化物間的較小距離及碳化物之大小。增加的燒結碳使微結構轉移到麻田散鐵型和較低貝氏型之混合物。

表 3 顯示冷壓 Astaloy CrL 的緊壓壓力和碳含量之影響。所有材料均在 90/10 N₂/H₂ 中於 1120°C 燒結 30 分鐘。在表 3 中，Astaloy CrL 在兩個緊壓壓力和兩個量添加石墨的平面彎曲疲勞性能(標準偏差 <5)之概要顯示，散射小，且不能應用 MPIF 56 評估標準偏差。表 3 中的樣品未切口。

表 3

材料	石墨 C-UF4 [%]	緊壓壓力 [百萬帕 斯卡]	燒結密度 [克/ 釐米 ³]	燒結碳 [%]	$\sigma_{A, 50\%}$ [百萬帕 斯卡]	標準偏差 [百萬帕 斯卡]	$\sigma_{A, 90\%}$ [百萬帕 斯卡]
Astaloy CrL 1120°C 30分鐘 90/10 N ₂ /H ₂ 0.8°C/秒	0.6	600	6.94	0.56	224	11.6	205
	0.8	600	6.93	0.75	233	9.5	218
	0.6	800	7.13	0.55	236	8.5	222
	0.8	800	7.09	0.74	252	<5	>244

表 4 中顯示燒結溫度對利用未切口樣品之疲勞性能之影響。表 4 中的材料之微結構表現為主要較高貝氏型(1120°C 0.58% C)和細珠光體(1120°C, 0.77% C 和 1250°C, 0.74% C)之特徵。

表 4

粉末	燒結溫度	燒結密度 [克/釐米 ³]	燒結碳 [%]	$\sigma_{A, 50\%}$ [百萬帕 斯卡]	標準偏差 [百萬帕斯 卡]	$\sigma_{A, 90\%}$ [百萬帕斯卡]
Astaloy CrL	1120°C	7.10	0.58	220	11	203
	1120°C	7.08	0.77	236	9.7	222
	1250°C	7.02	0.74	290	18	264

實例 2

對 Astaloy CrL 3 毫米邊緣切口樣品研究珠擊法處理和加熱處理與珠擊法處理之組合之影響。切口包括在壓具中，且不進行機械加工。彎曲中的應力集中因數由 FEM 獲得，達 $k_t=1.38$ 。試驗頻率為 27-30 赫茲。

材料在 1280°C 於 H₂ 中燒結 30 分鐘。冷卻速率為 0.8°C/秒。

進行珠擊法處理，以獲得 0.32 毫米之阿爾曼 A 強度。

燒結和燒結+珠擊法處理的樣品之評估平面彎曲疲勞性能顯示於表 5 中。

96年2月6日修(改)正替換頁

表 5

粉末	燒結碳 [%]	燒結密度 [克/釐米 ³]	第二操作	彎曲疲勞極限 [百萬帕斯卡]	珠擊法處理 後 增加
			珠擊法處理		
切口的 Astaloy CrL	0.70	7.30	否	235	
			是	420	+79%
未切口的 Astaloy CrL	0.85	7.30	否	340	
			是	450	+32%

表 6 中顯示全部硬化回火和珠擊法處理之樣品之評估平面彎曲疲勞性能。完全硬化用在 880℃ 的奧氏體反應 (arstenitization) 溫度進行。奧氏體反應後以 8℃/秒進行冷卻。最後，樣品在 250℃ 回火 1 小時。

表 6

粉末	燒結碳 [%]	燒結密度 [克/釐米 ³]	第二操作			彎曲疲勞極限 [百萬帕斯卡]	珠擊法處理後 增加
			全部硬化	250℃ 回火 1 小時	珠擊法處理		
切口的 Astaloy CrL	0.50	7.30	是	是	否	285	
	0.50	7.30	是	是	是	490	+73%
未切口的 Astaloy CrL	0.50	7.30	是	是	否	370	
	0.50	7.30	是	是	是	520	+41%

可自表 5 和 6 發現，彎曲疲勞極限增加由珠擊法處理含鉻和鉬之材料達到。

五、中文發明摘要：

96年2月6日修(正)換頁

本發明係關於一種方法，其由以下步驟所組成，提供含至少1.3-3.5%鉻、0.15-0.7%鉬、錳及不可避免雜質之預合金化以鐵為主的金屬粉末，將該粉末與0.1-1.0%之石墨混合，在至少600百萬帕斯卡(MPa)之壓力緊壓所得混合物，在高於1100℃之溫度於單個步驟燒結經緊壓零件，珠擊法處理該零件，並在燒結後視需要使該零件硬化。本發明亦關於一種粉末冶金零件以及低鉻預合金化粉末用於製備具有在7.15克/釐米³之燒結密度至少340百萬帕斯卡、較佳在7.3克/釐米³之燒結密度至少400百萬帕斯卡之彎曲疲勞極限之切口燒結零件之用途。

六、英文發明摘要：

十、申請專利範圍：

96年2月6日修(正)本

1. 一種製造具有改良疲勞強度之粉末冶金零件之方法，其包括以下步驟：
 - 提供含至少 1.3-3.5 重量%之鉻、0.15-0.7 重量%之鉬之預合金化以鐵為主的金屬粉末，
 - 將該粉末與 0.1-1.0 重量%之石墨混合，
 - 在至少 600 百萬帕斯卡之壓力緊壓所得混合物，
 - 在高於 1100℃ 之溫度於單個步驟燒結經緊壓的零件，
 - 珠擊法處理該零件。
2. 如請求項 1 之方法，其中該疲勞強度之增加為至少 50%。
3. 如請求項 1 或 2 之方法，其中該經緊壓及燒結之零件係於珠擊法處理前經過硬化及回火。
4. 一種如請求項 1 至 3 中任一項之方法製造之粉末冶金零件，其具有主要珠光體微結構，較佳主要細珠光體微結構。
5. 一種如請求項 1 至 3 中任一項之方法製造之粉末冶金零件，其具有麻田散鐵型及較低貝氏型微結構。
6. 一種如請求項 1 至 3 中任一項之方法製造之粉末冶金零件，其具有主要經回火麻田散鐵型微結構。
7. 如請求項 4 至 6 中任一項之粉末冶金零件，其具有在 7.15 克/釐米³之燒結密度至少 340 百萬帕斯卡、較佳在 7.3 克/釐米³之燒結密度至少 400 百萬帕斯卡之彎曲疲勞極限。
8. 一種低鉻預合金粉末用於製備切口燒結零件之用途，該切口燒結零件具有在 7.15 克/釐米³之燒結密度至少 340 百萬

帕斯卡、較佳在 7.3 克/釐米^3 之燒結密度至少 400 百萬帕斯卡之彎曲疲勞極限，其特徵為該粉末係經過緊壓、燒結及選擇性回火及退火，並經過珠擊法處理。

9. 如請求項 8 之粉末冶金零件之用途，該粉末冶金零件具有高於 1.3 之應力集中因數。

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：(無)

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)