

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4825200号
(P4825200)

(45) 発行日 平成23年11月30日(2011.11.30)

(24) 登録日 平成23年9月16日(2011.9.16)

(51) Int. Cl.	F I	
C 2 2 C 33/02 (2006.01)	C 2 2 C 33/02	A
B 2 2 F 1/00 (2006.01)	B 2 2 F 1/00	U
B 2 2 F 3/24 (2006.01)	B 2 2 F 1/00	V
C 2 2 C 38/00 (2006.01)	B 2 2 F 3/24	E
C 2 2 C 38/22 (2006.01)	B 2 2 F 3/24	B
請求項の数 4 (全 7 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2007-516433 (P2007-516433)	(73) 特許権者	595054486
(86) (22) 出願日	平成17年6月13日 (2005.6.13)		ホガナス アクチボラゲット
(65) 公表番号	特表2008-502803 (P2008-502803A)		スウェーデン国 ホガナス (番地なし)
(43) 公表日	平成20年1月31日 (2008.1.31)	(74) 代理人	100066692
(86) 国際出願番号	PCT/SE2005/000908		弁理士 浅村 皓
(87) 国際公開番号	W02005/120749	(74) 代理人	100072040
(87) 国際公開日	平成17年12月22日 (2005.12.22)		弁理士 浅村 肇
審査請求日	平成18年12月18日 (2006.12.18)	(74) 代理人	100087217
(31) 優先権主張番号	0401535-0		弁理士 吉田 裕
(32) 優先日	平成16年6月14日 (2004.6.14)	(74) 代理人	100072822
(33) 優先権主張国	スウェーデン (SE)		弁理士 森 徹
		(72) 発明者	ベルイマルク、アンデルス スウェーデン国、ヴィケン、ボヴェテヴェーゲン 3
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 粉末冶金部品およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

改善された曲げ疲労強度を有する切り欠きのある粉末冶金部品の製造方法であって、
1 . 3 ~ 3 . 5 重量%のクロム、0 . 1 5 ~ 0 . 7 重量%のモリブデン、0 . 0 9 ~ 0 . 3 重量%のマンガン、および残部としての鉄及び不可避免不純物からなる与合金化された鉄基金属粉末を用意し、

前記鉄基金属粉末を0 . 1 ~ 1 . 0 重量%の黒鉛と混合し、
得られた混合物を少なくとも6 0 0 M P a の圧力で圧密化し、
圧密化された部品を1 1 0 0 を超える温度で単一工程で焼結し、
前記部品に硬化と焼き戻し処理を施し、
前記部品にショットピーニング処理を施す、

前記各工程を含み、結果として得られる前記切り欠きのある粉末冶金部品が1 . 3 超の応力集中係数を有する、改善された疲労強度を有する粉末冶金部品の製造方法。

【請求項 2】

前記ショットピーニング処理により、曲げ疲労強度が前記ショットピーニング処理前の少なくとも5 0 % 増大する請求項 1 に記載の改善された疲労強度を有する粉末冶金部品の製造方法。

【請求項 3】

主として焼き戻し処理されたマルテンサイト・マイクロ組織を有する請求項 1 または請求項 2 に記載された製造方法に従って製造された粉末冶金部品。

【請求項4】

7.3 g/cm³の焼結密度で少なくとも400MPaの曲げ疲労限界を有する請求項3に記載された粉末冶金部品。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、粉末冶金、特に、改善された疲労特性を有する与合金化されたクロム粉末金属部品に関するものである。

【背景技術】

【0002】

一般に、粉末冶金法によって作られた焼結製品は、鍛造や圧延工程を経て得られたインゴット鋼よりコスト的に見て有利であり、例えば自動車の部品として広範な有用性を持つ。しかし、焼結製品は、その製造過程に不可避免的に形成される気孔を有する。焼結粉末冶金材料のこれら残留気孔は、完全に緻密な材料と比べると、材料の機械的性質を損なう。これは、応力集中として作用する気孔の結果であり、また、気孔が応力下で有効容積を減らすからである。かくして、鉄基粉末冶金材料の強度、延性、疲労強度、マクロ硬度等は、気孔度の増大とともに低下する。

【0003】

鉄基粉末冶金材料は、その比較的低い疲労強度にもかかわらず、或る程度まで高疲労強度の要求される部品に使用されている。スエーデンのHoganas AB（登録商標）から入手可能なDistaloy（登録商標）HPは、高性能目的のために使用可能な鋼粉末である。このDistaloy（登録商標）粉末では、鉄基粉末がニッケルと合金化されるが、ニッケルは高価な合金元素である。したがって、この高性能材料は、どちらかと言うと、高価であるから、少なくとも同程度に良好な疲労強度を有する廉価な材料が要求されている。

【0004】

粉末冶金鋼の疲労性能を改善する1つの方法は、二次的作業である。全体硬化、表面硬化またはショットピーニング（または組合せ）は、部品の可能な最高の疲労抵抗力を得るために可能な工程である。ショットピーニングは、表面残留圧縮応力の有利な影響を利用するために、通常行なわれる。表面に開口を有する気孔は、粉末冶金材料の弱点である。これらの気孔は、表面残留圧縮応力の付加によって、少なくとも部分的に無効化される。

【0005】

圧密化部品のショットピーニングは、例えば米国特許第6171546号に開示されている。この特許によれば、ショットピーニング後に最終焼結工程が実行される。ニッケルを含む鉄基粉末が出発材料として使用される。前記のように、ニッケルは高価であるため、ニッケルを含まない粉末の需要が増している。粉末を含むニッケルの別の欠点は、ダスト問題であり、このダスト問題は、粉末処理の間に生じる可能性があり、かつ、少量でもアレルギー反応を引き起こすだろう。従って、ニッケルの使用は避けるべきである。また、米国特許出願2004/0177719号は、ショットピーニングを含む方法に関するものである。特に、この出願は、圧密化された部品の表面の一部が、焼結後に、ショットピーニングを施される方法に関するものである。この出願によれば、粉末の鍛造またはサイジング（分粒）を含む緻密化工程が、最終圧密化部品の性質を改善するために必要である。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明の目的は、芯部の緻密化を行う処理なしで、高疲労強度を有する粉末冶金部品を調製する、費用効果のある方法を提供することである。

別の目的は、ニッケルを含まない粉末材料を用いた方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

10

20

30

40

50

【0007】

高疲労強度を有する部品が、低水準のクロムとモリブデンによって特徴づけられる鉄基粉末で作成された焼結部品のショットピーニングによって得られることを思いがけなくも見出した。

【0008】

本発明で使用される粉末は、少量のクロムとモリブデンを含む与合金化された鉄基粉末である。好適量は、クロム：1.3～3.5重量%、モリブデン：0.15～0.7重量%である。また、この粉末は、少量のマンガン：0.09～0.3重量%、および、不可避不純物を含む。かかる粉末は、米国特許第6348080号およびWO 03/106079により既知である。

10

【0009】

さらに、鉄基粉末は、材料に所望の強度を得るために、黒鉛と混合される。鉄基粉末と混合される黒鉛の量は、0.1～1.0%、好適には0.15～0.85%である。粉末混合物は、圧粉体を形成するために、ダイ内で圧密化される。圧密化圧力は少なくとも600MPa、好適には、少なくとも700MPaであり、さらに好適には、800MPaである。圧密化は、冷間圧密化、または、温間圧密化によって行なわれる。圧密化後、得られた圧粉品は、1100を超え（好適には、1220を超え）焼結温度で焼結される。焼結雰囲気は、好適には、窒素と水素の混合物である。焼結過程における通常の冷却速度は、0.8/秒であり、0.5/秒と1.0/秒の間の範囲が好適である。焼結密度は、好適には7.15g/cm³、さらに、特に好適には、7.3g/cm³を超えるものとする。焼結したままの材料中に得られるマイクロ組織は、低いクロムおよびモリブデン量の主たる微細パーライトと、僅かに高いクロムおよびモリブデン量のマルテンサイトまたは下部ベイナイトである。

20

【0010】

曲げ疲労限界の著しい増大が、焼結された低クロム粉末材料をショットピーニングすることによって得られることを、今や思いがけなくも見出した。特に顕著な増大は、切り欠き部品で得られた。この場合、以下の例から分るように、50%を超え、また、むしろ70%を超える増大を得ることができる。Almen A強度によって定義されるショットピーニングの程度は、好適には、0.20～0.37mmである。

【0011】

二次的作業（例えば、全体硬化および表面硬化）は、特性を、さらに向上させるために、ショットピーニング前に行なうことができる。したがって、全体硬化と、それに続く焼き戻し処理後に、材料は、主にマルテンサイトになり、ショットピーニングによって疲労限界が向上する。表面硬化中に形成される表面のマルテンサイトが圧縮応力を形成すると考えられ、このことは、疲労限界にとって有利である。

30

【0012】

焼結硬化は、焼結プロセスに適用される代替法である。焼結硬化は、硬化した組織を生じる成分の焼結プロセスの終わりに強制冷却を使用する。

【0013】

疲労テストは、1.38の応力集中ファクター、K_tを有する切り欠き試料と、非切り欠き試料に対して行なわれた。これらのテストは、ショットピーニングが非切り欠き試料に対して行なわれる時よりも、切り欠き試料をショットピーニングする時に、曲げ疲労限界のより大きな増大を示す。これに関連して、「切り欠き」という表現は、1.3を超える応力集中ファクターを有する試験片または部品を指す。

40

【0014】

以下、本発明の非限定的実施例について説明する。

【実施例】

【0015】

[例1]

2つの与合金化された基礎粉末であるAstaloy（登録商標）CrLとAstal

50

oy (登録商標) CrM、および、1つの拡散合金化されたベース粉末である Distalloy (登録商標) HPが、この研究に含まれる。Distalloy (登録商標) HPは、NiおよびCuと拡散合金化され、Moと与合金化されている。この研究に含まれる3つの材料を表1に示す。

【0016】

【表1】

表 1

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

10

【0017】

プロセスパラメータ、密度、および炭素量についての詳細を以下に示す。表2では、冷却速度約0.8 /秒、90/10 N₂/H₂で、30分間の焼結を行なった場合各種合金について、非切り欠き試料の平面曲げ疲労性能が示されている。非切り欠き試料についての疲労テストは、面取りした縁を有する5mm ISO3928試料を用いて行なわれている。このテストは、負荷比率(load ratio) R = -1で、4点平面曲げで行なわれている。ステアケース法は、ステアケース法による13~18の試料と、振れ限界として2百万サイクルが使用される。このステアケース法(50%確率疲労限界および標準偏差)の評価は、MPIF56標準に従ってなされる。テスト周波数は27~30 Hzである。

20

【0018】

【表2】

表 2

粉末	密度 [g/cm ³]	炭素 焼結のまま[%]	$\sigma_{A,50\%}$ [MPa]	Std Dev [MPa]	$\sigma_{A,90}$ [MPa]
AstaloyCrL	7.17	0.60	244	7	234
	7.16	0.80	267	5	260
AstaloyCrM	7.06	0.35	284	7.0	274
	7.04	0.56	316	8.4	300
Distalloy HP	7.13	0.65	295	22.5	261
	7.13	0.85	330	<5	>322

30

0.6%未満の焼結炭素および約0.8 /秒の冷却速度でのAstaloy CrLのマイクロ組織は、上部ベイナイトである。0.74%を超える増大した炭素は、マイクロ組織を微細パーライトに変える。

【0019】

1120 で焼結したAstaloy CrM材料および冷却速度、0.8 /秒と、0.32%~0.4%の焼結炭素水準を有するマイクロ組織の分析は、緻密な上部ベイナイト・マイクロ組織を示す。緻密な上部ベイナイトは、正規の上部ベイナイトと同じ特性を有する、すなわちフェライトとセメンタイトの不規則な混合物を有する。相違点は、炭化物間の距離と炭化物の寸法がより小さいことである。増加した焼結炭素はマイクロ組織をマルテンサイトと下部ベイナイトの混合物に変える。

40

【0020】

表3は、冷間圧密化したAstaloy CrMについての、圧密化圧力と炭素水準の影響を示す。全ての材料は、30分間1120 で、90/10 N₂/H₂内で焼結されたものである。表3内は、2つの圧密化圧力と、追加黒鉛の2つのレベルにおけるAstaloy CrLの平面曲げ疲労性能の概要を示す。Std. dev. <5は散乱が小さ

50

く、標準偏差のMPIF標準56評価が適用され得ないことを表している。表3中の試料は切り欠きされていないものである。

【0021】

【表3】

表3

材料	黒鉛 C-UF4 [%]	圧密化圧力 [MPa]	密度 焼結のまま [g/cm ³]	炭素 焼結のまま [%]	$\sigma_{A,50\%}$ [MPa]	Std Dev [MPa]	$\sigma_{A,90}$ [MPa]
AstaloyCrL 1120°C, 30min, 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

10

【0022】

非切り欠き試料について、疲労性能に与える焼結温度の影響は、表4に示されている。表4内の材料のマイクロ組織は、主に上部ベイナイト(1120、0.58% C)と、微細パーライト(1120、0.77% Cおよび1250、0.74% C)によって特徴づけられる。

【0023】

【表4】

表4

粉末	焼結温度	密度 焼結のまま [g/cm ³]	炭素 焼結のまま [%]	$\sigma_{A,50\%}$ [MPa]	StdDev [MPa]	$\sigma_{A,90\%}$ [MPa]
AstaloyCrL	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

20

【0024】

【例2】 ショットピーニング、および、熱処理とショットピーニングの組合せの影響は、AstaloyCrL 3mmの縁切り欠きされた試料について調べた。切り欠きはプレス工具内に含まれており、機械加工はされていない。曲げにおける応力集中ファクターはFEM対Kt = 1.38によって得られる。テスト振動数は27~30Hzである。

30

【0025】

材料は、H₂内で30分間、1280で焼結される。冷却速度は0.8/秒である。

【0026】

ショットピーニングは0.32mmのAlmen A強度を得るために行なわれる。

【0027】

焼結されたまま、および、焼結されたままのものにショットピーニングを施した試料の評価された平面曲げ疲労性能が、表5に示されている。

40

【0028】

【表 5】

表 5

粉末	炭素 焼結のまま [%]	密度 焼結のまま [g/cm ³]	二次作業		曲げ疲労限界 [MPa]	ショットピーニング 後の増大
			ショットピーニング			
AstaloyCrL 切り欠き	0.70	7.30	NO		235	
			YES		420	+79%
AstaloyCrL 非切り欠き	0.85	7.30	NO		340	
			YES		450	+32%

10

【0029】

表 6 には、全体硬化処理が施され、焼き戻し処理され、かつ、ショットピーニングが施された試料の評価された平面曲げ疲労性能が示されている。全体硬化は、880 のオーステナイト化温度で行なわれる。オーステナイト化後の冷却速度は、8 / 秒である。最後に、この試料は、250 で1時間焼き戻し処理される。

【0030】

【表 6】

表 6

粉末	炭素 焼結のまま [%]	密度 焼結のまま [g/cm ³]	二次作業			曲げ疲労 限界 [MPa]	ショットピー ニング後の 増大
			全体硬化	焼き戻し 250°C, 1時間	ショットピー ニング		
AstaloyCrL 切り欠き	0.50	7.30	YES	YES	NO	285	
	0.50	7.30	YES	YES	YES	490	+73%
AstaloyCrL 非切り欠き	0.50	7.30	YES	YES	NO	370	
	0.50	7.30	YES	YES	YES	520	+41%

20

【0031】

表 5、表 6 から、クロムおよびモリブデンを含む材料をショットピーニングすることによって、曲げ疲労限界が大きな増大が得られることが判るだろう。

30

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 2 2 C 38/00 3 0 1 Z
C 2 2 C 38/22

(72)発明者 菅野 光輝
東京都日野市東豊田 2 - 3 5 - 3 3

審査官 浅井 雅弘

(56)参考文献 特開 2 0 0 4 - 1 1 5 8 6 8 (J P , A)
特開平 0 9 - 1 7 7 7 5 7 (J P , A)
特開 2 0 0 2 - 1 6 8 2 6 7 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
B22F 1/00- 8/00
C22C 1/04, 1/05
C22C33/02
C22C38/00
C22C38/02