

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5992402号
(P5992402)

(45) 発行日 平成28年9月14日(2016.9.14)

(24) 登録日 平成28年8月26日(2016.8.26)

(51) Int.Cl.

F I

C 2 2 C 33/02 (2006.01)
 C 2 2 C 38/00 (2006.01)
 B 2 2 F 1/00 (2006.01)
 B 2 2 F 5/00 (2006.01)
 B 2 2 F 3/02 (2006.01)

C 2 2 C 33/02 A
 C 2 2 C 38/00 3 0 4
 B 2 2 F 1/00 U
 B 2 2 F 5/00 S
 B 2 2 F 3/02 M

請求項の数 12 (全 16 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2013-513135 (P2013-513135)
 (86) (22) 出願日 平成23年5月24日(2011.5.24)
 (65) 公表番号 特表2013-533379 (P2013-533379A)
 (43) 公表日 平成25年8月22日(2013.8.22)
 (86) 国際出願番号 PCT/SE2011/050645
 (87) 国際公開番号 W02011/152774
 (87) 国際公開日 平成23年12月8日(2011.12.8)
 審査請求日 平成26年5月19日(2014.5.19)
 (31) 優先権主張番号 61/351,363
 (32) 優先日 平成22年6月4日(2010.6.4)
 (33) 優先権主張国 米国(US)
 (31) 優先権主張番号 1050576-6
 (32) 優先日 平成22年6月4日(2010.6.4)
 (33) 優先権主張国 スウェーデン(SE)

(73) 特許権者 509020295
 ホガナス アクチボラグ (パブル)
 スウェーデン国 エス - 2 6 3 8 3
 ホガナス
 (74) 代理人 110000855
 特許業務法人浅村特許事務所
 (72) 発明者 ベリ、シグルド
 スウェーデン国、ヘガネス、スカネルガタ
 ン 7
 (72) 発明者 ディズダール、セナド
 スウェーデン国、ヘガネス、セントラルガ
 タン 4
 (72) 発明者 エングストレム、ウルフ
 スウェーデン国、ヘガネス、ヤコビー ヴ
 ェーグ 8

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化焼結コンポーネントの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

単一プレス、単一焼結及び窒化によって窒化焼結コンポーネントを製造する方法であって、

a) 0.3質量%未満のMnと、0.2～3.5質量%のCr、0.05～1.20質量%のMoおよび0.05～0.4質量%のVのうちの少なくとも1つと、最大で0.5質量%の付随不純物と、残余の鉄とを含んでなる、プレアロイ鉄基鋼粉末を提供する工程と、

b) 前記プレアロイ鉄基鋼粉末を、潤滑剤およびグラファイトと混合し、任意で機械加工増強剤および他の従来の焼結添加剤を混合する工程と、

c) 工程bの混合組成物を、40～100 に加熱された金型を用いて、圧力400～2000MPaの圧縮成形に付して、成形体を提供する工程と、

d) 工程cからの前記成形体を還元性雰囲気下で1000～1400 の温度で焼結して、焼結コンポーネントを提供する工程と、

e) 工程dの前記焼結コンポーネントを、窒素ガス含有雰囲気下で400～600の温度で3時間未満のソーキング時間で窒化する工程と、
 を含み、前記潤滑剤が、10～60質量%の、18超で24以下の炭素原子を有する少なくとも一の第一級の脂肪酸アミドと、40～90質量%の少なくとも一の脂肪酸ビスアミドとのコアを含む複合潤滑粒子からなり、前記潤滑粒子が前記コア上に付着した少なくとも一の金属酸化物のナノ粒子も含む、方法。

10

20

【請求項 2】

前記成形体が、前記工程 e における窒化前にスチーム処理されない、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記工程 c において、前記成形体が、少なくとも 7.10 g/cm^3 のグリーン密度に圧縮成形される、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記工程 d において、前記焼結コンポーネントが、 7.1 から 7.6 g/cm^3 の間の密度に焼結される、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

【請求項 5】

前記プレアロイ鉄基鋼粉末が $0.1 \sim 1.0$ 質量%の間の Ni を更に含む、請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 6】

前記プレアロイ鉄基鋼粉末が Ni を本質的に含まない、請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 7】

前記プレアロイ鉄基鋼粉末が、タングステン (W)、チタン (Ti)、ニオブ (Nb)、アルミニウム (Al) の群から選択される元素の一以上を $0.05 \sim 0.50$ 質量%の間で更に含む、請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の方法。

【請求項 8】

前記プレアロイ鉄基鋼粉末が、
残余の Fe と、
 0.09 質量% ~ 0.3 質量%未満の Mn と、
 1.3 質量% ~ 1.6 質量%の Cr と、
 $0.15 \sim 0.3$ 質量%の Mo と、
最大で 0.3 質量%の付随不純物と、
からなる、請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 9】

前記プレアロイ鉄基鋼粉末が、
残余の Fe と、
 0.09 質量% ~ 0.3 質量%未満の Mn と、
 1.5 質量% ~ 1.9 質量%の Cr と、
最大で 0.1 質量%の Mo と、
最大で 0.3 質量%の付随不純物と、
からなる、請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の方法。

【請求項 10】

請求項 1 ~ 9 のいずれかに記載の方法によって、 100 秒間で 2.5 m/s の滑り速度で試験した時に、少なくとも 800 MPa までのヘルツ圧力に対して安全な摩耗を提供する、潤滑滑り接触中での耐摩耗性を有する、前記窒化焼結コンポーネントを製造する方法。

【請求項 11】

請求項 1 ~ 9 のいずれかに記載の方法によって、 100 秒間で 2.5 m/s の滑り速度で試験した時に、少なくとも 900 MPa までのヘルツ圧力に対して安全な摩耗を提供する、潤滑滑り接触中での耐摩耗性を有する、前記窒化焼結コンポーネントを製造する方法。

【請求項 12】

請求項 1 ~ 9 のいずれかに記載の方法によって、 100 秒間で 2.5 m/s の滑り速度で試験した時に、少なくとも 1000 MPa までのヘルツ圧力に対して安全な摩耗を提供する、潤滑滑り接触中での耐摩耗性を有する、前記窒化焼結コンポーネントを製造する方法。

10

20

30

40

50

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、単一プレスおよび単一焼結により焼結要素を製造する方法、ならびにこの方法により製造された焼結コンポーネントに関するものである。この方法は、チルド鑄鉄から作られたコンポーネントと同程度の耐摩耗性を有する焼結鋼コンポーネントの費用効率の高い製造を提供する。

【背景技術】

【0002】

産業において、金属粉末組成物を圧縮成形（compaction）および焼結して製造される金属製品の使用は、ますます普及しつつある。様々な形状や厚さの種々の多数の製品が製造されており、要求される品質が絶え間なく高くなっていると同時に、価格の低減が求められている。最終形状に到達するために最低限の機械加工を必要とする、ネットシェイブコンポーネントまたはニアネットシェイブコンポーネントは、高度な材料の利用と鉄基粉末コンポーネントのプレスおよび焼結によって得られるので、この技術は、棒材からの成形または機械加工、鑄造もしくは鍛造といった金属部品を形成する従来技術に対して、大きな利点を有する。

【0003】

焼結された部品の性能を向上させて、より多くの部品がこの費用効率の高い技術に代用されることが要望されている。たとえば自動車産業のように、様々な工業における鋼コンポーネントは、プレスや焼結技術により、成功裡に製造されてきた。自動車部品は、性能、意匠および耐久性の厳格な要件が定められている用途のために、大量に製造されている。よって、全体の品質要求が満たされるならば、そのような部品の製造には、単一プレスおよび単一焼結の技術が非常に適している。

【0004】

カムローブ等の、自動車産業におけるある種の伝動機構および弁機構のコンポーネントについては、耐摩耗性に関する要求が過大で、従来の方式を用いて焼結された生成物に切り替えることは非常に困難である。今日、このようなコンポーネントの主な製造技術は、棒材からの機械加工、またはチルド鑄鉄を用いた鑄造（C C I）である。耐摩耗性に関する要求が幾分低い小型自動車用のカムローブの場合は、二重プレス/二重焼結を用いて部品を製造することに成功している。しかしながら、現在のところ、単一プレスおよび単一焼結に関する製造技術では、C C Iを用いて製造されたコンポーネントに匹敵する摩耗特性が得られることは証明されていない。

【0005】

国際公開公報2006/0455000号は、0.5～3.0%のMo、1～6.5%のCr、1～5%のVおよびFeと不純物の残部からなる鉄基粉末金属混合物から製造され、カムローブやその他の高摩耗物品に用いられる浸炭焼結合金に関するものである。しかしながら、その耐摩耗性はC C I要素と同レベルには到達していない。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

驚くべきことに、ある鉄基粉末合金組成物を温間金型成形（warm die compaction）および短室化工程（short nitriding process）と組み合わせて用いることにより、C C Iで作製されたコンポーネントに匹敵する耐摩耗性を有するコンポーネントを製造することが可能であることが見出された。

【課題を解決するための手段】

【0007】

より具体的には、これは、以下の工程、即ち、

a) 0.3重量%未満のMnと、0.2～3.5重量%のCr、0.05～1.20重量%のMoおよび0.05～0.4重量%のVのうちの少なくとも1つと、最大で0.5

10

20

30

40

50

重量%の付随不純物とを含み、残余が鉄である、プレアロイ鉄基鋼粉末 (pre-alloyed iron-based steel powder) を提供し、

b) 前記プレアロイ鉄基鋼粉末を、潤滑剤およびグラファイトと混合し、任意で機械加工増強剤 (machining enhancing agent) および他の従来の焼結添加剤を混合し、

c) 工程bの混合組成物に圧力400~2000MPaの圧縮成形を施して、成形体を提供し、

d) 工程cからの前記成形体を還元性雰囲気下で1000~1400の温度で焼結して、焼結コンポーネントを提供し、

e) 工程dの前記焼結コンポーネントを窒素含有雰囲気下で400~600の温度で3時間未満のソージング時間で窒化焼結する、

工程を包含する、単一プレスおよび単一焼結による焼結コンポーネントを製造する方法によって達成できる。

【0008】

この方法によって製造されたコンポーネントは、CCIコンポーネントと同様の耐摩耗特性を示す。そのコンポーネントは、軟性コアを備えるハードケース (hard case) を有し、それ故に完全硬化されない。完全硬化されたコンポーネント (through hardened component) は、軟性コアを有する硬化コンポーネント (case hardened component) ケースに比べて、アSEMBリ (assembly) をより困難にさせている。

【0009】

この方法は、特に、オイルで潤滑される環境中で作動する自動車コンポーネントであって、作動温度が250を下回り、そのコンポーネントが滑り運動に依拠する役割を有するものに適している。例えば、カムローブ、スプロケット、CVT、他の伝動機構、弁機構、エンジンコンポーネント等である。勿論、その方法は、良好な摩耗特性が要求される他の用途用のコンポーネントを製造することにも適している。

【図面の簡単な説明】

【0010】

【発明を実施するための形態】

【0011】

鉄基合金鋼粉末 (iron-based alloyed steel powder) の製造

前記方法の工程aで提供されたプレアロイ鉄基鋼粉末は、好ましくは、合金化元素を含む鉄溶解の水噴霧によって製造される。その噴霧粉末は、更に、還元アニーリングプロセスに付される。プレアロイ粉末合金の粒径は、プレス及び焼結工程と併存できる限り、いかなる大きさでもよい。一般的な粒径の例は、スウェーデンのHoganas ABから入手できる公知の粉末ASC100.29の粒径、即ち、180μm超が最大2.0重量%であって、45μmを下回るものが15~30重量%である粒径である。しかしながら、より粗く、そしてより微細な粒状粉末を使用することが可能である。

【0012】

粉末冶金の分野においては、粗い鉄基鋼粉末 (coarse iron-based steel powder) の使用がますます普及している。このような粉末の例には、75μmから300μmの間の平均粒径を有する鉄基鋼粉末があり、その粉末粒子の10%未満が45μmを下回る大きさを有し、212μmを超える粒子の量は20%を上回る。

【0013】

より微細な鉄基鋼粉末も使用可能である。微細粉末を使用する場合、微細粉末は、より良好な粉末特性や圧縮率を提供するために、結合剤 (単数及び複数) 及び/又はフロー剤 (単数及び複数) で結合されることが好ましい。このような粉末は、例えば、20~60μmの範囲の平均粒径を有することが可能である。

【0014】

プレアロイ鋼粉末含有量

上記方法の工程aで提供されるプレアロイ鋼粉末は、鉄をベースとするものであり、Mnと、Cr、Mo、Vの群から選択される少なくとも一つとを含んでなるものである。そ

10

20

30

40

50

のブレアロイ鋼粉末は、任意で更に、Ni及び/又は追加の強力な窒化物であってタングステン、チタン、ニオブ及び/又はアルミニウム等の元素（単数及び複数）を形成する窒化物を含んでいてもよい。

【0015】

マンガン(Mn)は0.02重量%~0.3重量%の間の量で存在する。特に、鋼製造工程中の還元のための所定の処理が実施されなければ、再生スクラップを使用する時に0.02重量%を下回る含有量を達成することは極めて困難であり、費用が増加する。更に、マンガンは、鋼粉末の強度、硬度、硬化性(hardenability)を増加させ、それ故に、0.05重量%を超えるマンガン含有量有することが好ましく、0.9重量%を超える鉬石が好ましい。0.3重量%を超えるMn含有量は、鋼粉末中の内包物を含むマンガンの形成を増加させ、また、固溶体硬化による圧縮率への負の効果も与え、フェライト硬さを増加させる。そのため、Mn含有量は、0.3重量%を超えるべきではない。Mnのもっとも好ましい範囲は、0.1~0.3重量%である。

10

【0016】

合金化元素としてのクロム(Cr)は、固溶体硬化によってマトリックスを強める役割を果たす。クロムも、焼結体の硬化性や耐摩耗性を増加させる。更に、Crは、極めて強力な窒化物形成物であり、それ故に窒化を促進させる。クロムが添加される場合、焼結コンポーネントの特性に所望される影響を有するように、クロムは、少なくとも0.2重量%、好ましくは少なくとも0.4重量%、より好ましくは少なくとも1.3重量%の量で添加されるべきである。しかしながら、クロムの添加が増加するにつれて、焼結中の制御雰囲気要求が増加し、コンポーネントを製造するための費用が大きくなる。それ故に、クロムが添加される場合、多くても3.5重量%、好ましくは多くても3.2重量%とするべきである。好ましい実施態様では、クロム含有量は0.4~2.0重量%、より好ましくは1.3~1.9重量%である。別の好ましい実施態様では、クロム含有量は2.8~3.2重量%である。

20

【0017】

モリブデン(Mo)は、焼結後のフェライトを安定化させる。モリブデンを添加する場合、焼結コンポーネントの特性に所望される影響を有するように、少なくとも0.1重量%、好ましくは少なくとも0.15重量%の量で添加されるべきである。高すぎるMo含有量を有すると、性能に十分に寄与しなくなるため、望ましくない。それ故に、モリブデンを添加する場合、モリブデンは、多くても1.2重量%、好ましくは多くても0.6重量%とするべきである。いくつかの実施態様では、鋼は、0.1重量%を下回るMo含有量、好ましくは0.05重量%を下回るMo含有量を有する、本質的にMoを含まないものであってもよい。

30

【0018】

バナジウム(V)は、析出硬化(precipitation hardening)によって強度を増加させる。バナジウムも、粒度の精製効果を有し、強力な窒化物形成元素である。バナジウムが添加される場合、バナジウムは、焼結コンポーネントの特性に所望される影響を有するように、少なくとも0.05重量%、好ましくは少なくとも0.1重量%、より好ましくは少なくとも0.25重量%の量で添加されるべきである。しかしながら、高バナジウム含有量は酸素の補足を容易にさせ、それによって、粉末によって製造されるコンポーネント中の酸素レベルが高まるが、高すぎる量では望ましくない。それ故に、バナジウム含有量は、多くても0.4重量%、好ましくは多くても0.35重量%とするべきである。

40

【0019】

ブレアロイ鋼粉末は、任意で更に、公知である、追加の強力な窒化物を形成する元素（単数及び複数）、例えば、タングステン(W)、チタン(Ti)、ニオブ(Nb)、アルミニウム(Al)の群から選択される元素（単数及び複数）の一以上を含んでもよい。添加される場合、前記の追加の強力な窒化物を形成する元素（単数及び複数）の合計量は、0.05重量%と0.5重量%の間、好ましくは0.1重量%と0.4重量%の間、より好ましくは0.15重量%と0.30重量%の間とするべきである。

50

【0020】

ニッケル（Ni）は、良好な延性特性を提供しつつ、強度と硬度を増加させる。しかしながら、ニッケルは高価な元素であり、可能な限り避けるものである。添加される場合、含有量は低く保たれる。プレアロイ鋼粉末は、任意で、0.1～1.0重量%の量のNi、好ましくは0.1～0.5重量%のNiを含んでよい。好ましい実施態様では、プレアロイ鋼粉末は、本質的にニッケルを含まず、それ故に、0.1重量%を下回る、好ましくは0.05重量%を下回るニッケルを含む。

【0021】

酸素（O）は、多くても0.25重量%である。酸素の高含有量は、焼結コンポーネントの強度を害し、粉末の圧縮率を弱める。これらの理由のため、Oは、好ましくは多くても0.18重量%である。実際には、水噴霧技術を使用する場合、0.1重量%を下回る酸素含有量を達成することは困難である。それ故に、水噴霧され、アニールされた粉末中の酸素含有量は、通常、0.10～0.18重量%の範囲になる。

10

【0022】

鋼粉末中の炭素（C）は、多くても0.1重量%、好ましくは0.05重量%未満、より好ましくは0.02重量%未満とするべきであり、窒素（N）は、多くても0.1重量%、好ましくは0.05重量%未満、より好ましくは0.02重量%未満とするべきである。炭素や窒素のより高い含有量は、粉末の圧縮率を許容できないほど低下させる。

【0023】

銅（Cu）、リン（P）、シリコン（Si）、硫黄（S）、及び合金に意図せず添加されるその他の元素からなる群から選択される元素等の各付随不純物元素の量は、鋼粉末の圧縮率を悪化させたり、有害な内包物の形成物として作用したりしないように、0.15重量%未満、好ましくは0.10重量%未満、より好ましくは0.05重量%未満、最も好ましくは0.03重量%未満とするべきである。全付随不純物の合計量は、0.5重量%未満、好ましくは0.3重量%未満、更に好ましくは0.2重量%未満とするべきである。

20

【0024】

プレアロイ鋼粉末の好ましい実施態様

好ましい実施態様において、本発明によるプレアロイ鋼粉末は、
残余のFeと、
0.09重量%～0.3重量%のMnと、
1.3重量%～1.9重量%のCrと、
0～0.3重量%のMoと、
最大で0.3重量%の付随不純物とからなる。

30

【0025】

別の好ましい実施態様において、本発明によるプレアロイ鋼粉末は、
残余のFeと、
0.09重量%～0.3重量%のMnと、
1.3重量%～1.6重量%のCrと、
0.15～0.3重量%のMoと、
最大で0.3重量%の付随不純物とからなる。

40

【0026】

更に別の好ましい実施態様において、本発明によるプレアロイ鋼粉末は、
残余のFeと、
0.09重量%～0.3重量%のMnと、
1.5重量%～1.9重量%のCrと、
0～0.1重量%のMoと、
最大で0.3重量%の付随不純物とからなる。

【0027】

更に別の好ましい実施態様において、本発明によるプレアロイ鋼粉末は、

50

残余のFeと、
0.09重量%～0.3重量%のMnと、
2.8重量%～3.2重量%のCrと、
0.4～0.6重量%のMoと、
最大で0.3重量%の付随不純物とからなる。

【0028】

更に別の好ましい実施態様において、本発明によるプレアロイ鋼粉末は、
残余のFeと、
0.09重量%～0.3重量%のMnと、
0.05重量%～0.4重量%のVと、
0～0.1重量%のMoと、
最大で0.3重量%の付随不純物とからなる。

【0029】

粉末組成物

圧縮成形前に、プレアロイ鋼粉末は、潤滑剤、グラファイト、任意で一以上の機械加工増強剤（単数及び複数）、そして任意で他の従来の添加剤、例えば、硬質相材料（hard phase material）と混合される。

【0030】

焼結コンポーネントの強度や高度を高めるために、炭素はマトリックス中に導入される。炭素は、組成物の0.15～1.0重量%の間の量で、グラファイトとしてその組成物に添加される。0.15重量%未満の量では、強度が低くなり過ぎ、1.0重量%を超える量では、超過な炭化物を形成することになり、窒化物形成の特性に負の影響を与える。好ましくは、グラファイトは0.20～0.80重量%の間の量、より好ましくは0.30～0.60重量%の量で加えられる。

【0031】

潤滑剤は、圧縮成形及び圧縮成形されたコンポーネントの押出しを容易にさせるために、その組成物に添加される。潤滑剤組成物の0.05重量%未満の添加はたいした影響を与えず、その組成物の2重量%を超える添加は、圧縮成形体（compact body）の低過ぎる密度をもたらすことになる。好ましくは、添加される潤滑剤の量は、その組成物の0.3～0.8重量%の間であり、より好ましくはその組成物の0.4～0.6重量%の間である。圧縮成形に適した、いかなるタイプの潤滑剤を使用してもよい。潤滑剤は、金属ステアリン酸塩、ワックス、脂肪酸及びその誘導体、オリゴマー、ポリマー、及び潤滑効果を有する他の有機物質の群から選択してもよい。

【0032】

一実施態様において、加熱された金型（die）で圧縮成形するのに適した複合潤滑粒子、例えば、10～60重量%の、18超で24以下の炭素原子を有する少なくとも一の第一級の脂肪酸アミド（primary fatty acid amide）と、40～90重量%の少なくとも一の脂肪酸ビスアミドとのコアを含む複合潤滑粒子であって、前記潤滑粒子がそのコア上に付着した少なくとも一の金属酸化物のナノ粒子も含むものが、選択される。

【0033】

好ましい実施態様において、加熱された金型で圧縮成形するのに適した複合潤滑粒子は、10～30重量%の少なくとも一の第一級の脂肪酸アミドと、70～90重量%の少なくとも一の脂肪酸ビスアミドとを含む。その少なくとも一の脂肪酸ビスアミドは、好ましくは、メチレンビスオレアミド、メチレンビスステアルアミド、エチレンビスオレアミド、ヘキシレンビスステアルアミド、及びエチレンビスステアルアミドからなる群から選択される。その少なくとも一の金属酸化物のナノ粒子は、好ましくは、 TiO_2 、 Al_2O_3 、 SnO_2 、 SiO_2 、 CeO_2 及びインジウムチタン酸化物からなる群から選択される。

【0034】

銅（Cu）は、一般に、粉末冶金技術における元素を合金化して使用される。Cuは、

10

20

30

40

50

固溶体硬化を通じて、強度と硬度を高める。Cuは、また、焼結温度が達成する前の銅溶融としての焼結の間、焼結ネックの形成を容易にさせ、いわゆる液相焼結を提供する。粉末は、任意でCu、好ましくは0.2～3重量%のCuと混合されてもよい。好ましい実施態様では、銅はその組成物に混合されない。

【0035】

ニッケル(Ni)は、良好な延性特性を提供しつつ、強度と硬度を増加させる。しかしながら、1.5重量%を超える含有量は、加熱処理条件中にNiに富むオーステナイトを形成する傾向にあり、材料の強度を低下させる。粉末は、任意で、0.1～1.5重量%の量のNiに混合されてもよい。好ましい実施態様では、ニッケルはその組成物に混合されない。

10

【0036】

機械加工増強剤(単数及び複数)は、任意で、その組成物に、その組成物の0.1～1.0重量%の量で混合することができる。0.1重量%を下回ると、その効果は不十分であり、1.0重量%を上回ると、更なる向上はもたらされない。好ましくは、混合する場合、機械加工増強剤(単数及び複数)は、その組成物の0.2～0.8重量%、より好ましくは、その組成物の0.3～0.7重量%である。機械加工増強剤(単数及び複数)は、好ましくは、MnS、MoS₂、CaF₂、及び/又はフィロケイ酸塩、例えば、カオリナイト、スメクタイト、ベントナイト、及びマイカ(モスコバイト又はフロゴバイト等)からなる群から選択される。作動条件において、前記機械加工増強剤(単数及び複数)は、固体潤滑剤としても作用し、それ故にその組成物の耐摩耗性を増加させるのを助ける。他の従来の焼結添加剤、例えば、硬質相材料は、任意で、その組成物に混合させてもよい。

20

【0037】

圧縮成形

鉄基粉末組成物は、プレス成形に移行され、400～2000MPaの間、好ましくは500～1200MPaの成形圧に付される。好ましい実施態様においては、そのプレス中の金型は、圧縮成形前及びその間に、40～100、好ましくは50～80の温度で加熱される。この技術は、「温間金型圧縮成形」又は「加熱金型圧縮成形(heated die compaction)」と称される。好ましくは、そのコンポーネントは、少なくとも7.10g/cm³、好ましくは少なくとも7.15g/cm³、より好ましくは少なくとも7.20g/cm³のグリーン密度に圧縮成形される。

30

【0038】

潤滑及び圧縮成形工程の選択のおかげで、高グリーン密度を達成でき、超過な寸法変化無く、高い焼結密度を確実にする。これは、焼結コンポーネントの良好な公差と閉鎖気孔を提供する。

【0039】

焼結

得られたグリーンコンポーネントは、更に、約1000～1400の温度で、還元雰囲気中で焼結に付される。好ましい実施態様では、そのコンポーネントは、1000～1200、好ましくは1050～1180、最も好ましくは1080～1160の範囲の、標準焼結温度で焼結される。しかしながら、要件によって左右されるので、そのコンポーネントは、より高い温度、例えば、1200～1400、好ましくは1200～1300、最も好ましくは1220～1280で焼結することもできる。

40

【0040】

そのコンポーネントは、7.1～7.6g/cm³、好ましくは7.15～7.50g/cm³、より好ましくは7.20～7.45g/cm³の範囲の密度に焼結される。しかしながら、7.6g/cm³よりも高い密度に焼結することも可能である。

【0041】

焼結後の処理

焼結コンポーネントは、次に、所望する微細構造を得るために、窒化工程に付される。

50

その窒化工程は、500 付近の温度の窒素含有雰囲気中で実施される。好ましい実施態様では、窒化工程は、400～600、好ましくは470～580の温度で、3時間未満、好ましくは2時間未満、より好ましくは1時間未満のソーキング時間で、窒素及び水素ガスの混合物中で実施される。しかしながら、窒化中のソーキング時間は、好ましくは少なくとも10分、より好ましくは20分である。

【0042】

任意で、他の普通に見られるタイプの窒化工程、例えば、(限定されないが)浸炭窒化(carbonitriding, nitrocarburizing)を用いることができる。

【0043】

コンポーネントへの超過な窒素の浸透は脆性構造になる可能性があるので、通常、ガス窒化でコンポーネントを焼結する時、その焼結コンポーネントは、気孔を閉鎖し、窒素の浸透の調整を可能にするため、最初にスチーム処理される必要がある。しかしながら、このステップは、達成される焼結密度が閉鎖気孔を確実にさせる程に十分に高いので、本発明によるコンポーネントを提供する時に必須ではない。したがって、そのコンポーネントは、スチーム処理という前ステップ無く調整されるやり方で窒化されるケースになり得る。

【0044】

本発明の方法を使用する時、コンポーネントの表面は、1～20 μm 、好ましくは5～15 μm の厚さの、窒素に富む、いわゆる白層又は化合物層と、窒素が濃縮された、ほぼ1～6 mm、好ましくは1～4 mmの深さに至るまでの硬化ゾーンとを含む。

【0045】

最終コンポーネントの特性

本発明によって製造されるコンポーネントは、潤滑滑り接触での高い耐摩耗性を達成する。達成される耐摩耗性は、チルド鋳鉄で作られるコンポーネントに匹敵する。

【0046】

焼結コンポーネントは、焼結後、ガス窒化前のスチーム処理の必要無く、直接的に閉鎖気孔を有する。

【0047】

更に、クレームされた方法により作られたコンポーネントは、CCIコンポーネントに比べてより深い表面気孔を含み、このことは、潤滑油や機械加工増強剤はこれらの気孔内に存在するようになるので、作動条件中、いかなる具体的な理論と結びつけることなく、潤滑効果を提供するように思われる。

【0048】

好ましい実施態様では、窒化された最終コンポーネントは、0.5～1 mmの深さで、コアの2倍超、好ましくは600 $\text{MHV}_{0.05}$ 超、より好ましくはコアの硬度が300 $\text{MHV}_{0.05}$ の時に700 $\text{MHV}_{0.05}$ 超、或いは700 $\text{MHV}_{0.05}$ 超、コアの硬度が350 $\text{MHV}_{0.05}$ 付近の時に好ましくは800 $\text{MHV}_{0.05}$ 超の硬度を有する。全ケースの深さは、0.5～4 mm、好ましくは1.0～3.0 mm、より好ましくは1.5～2.5 mmの間にあるべきである。

【0049】

コア硬度という用語は、窒化前のコンポーネントの中心にある硬度値として解されるべきである。全ケースの深さという用語は、コンポーネントの表面からの距離と解されるべきであり、そこでの硬度値は、そのコア硬度値と同じである。

【0050】

実施例のセクションに記載されている試験方法によれば、最終コンポーネントは、潤滑滑り接触での良好な耐摩耗性を実証している。100秒で2.5 m/sの滑り速度で試験されると、そのコンポーネントは、少なくとも800 MPaまで、好ましくは少なくとも900 MPaまで、より好ましくは少なくとも1000 MPaまでのヘルツ圧力に対して安全な摩耗を示す。

【実施例】

【 0 0 5 1 】

試験方法

潤滑滑り接触における摩耗の一般的な特性評価は、1980年代にOECDの支援を受けた非公式グループIRG-WOEMに参加している国際的水準にある研究者等により行われた。いくつかの共同組織調査は、IRG摩耗遷移図（IRG-wear transitions diagram）が最も重要なものであり得るという有益な成果の重大性を与えた（図1参照）。

【 0 0 5 2 】

IRG摩耗遷移図（図1）は、穏やかな（安全な）摩耗、限界摩耗、及びすり減り（重大な付着摩耗）という三つの主要な磨耗領域を示す。この摩耗は、主に、接触表面間の相対滑り速度（relative sliding velocity）に依存するが、潤滑状態、潤滑剤の性質、表面粗さ等の他の要素、即ち、接触体（contacting body）のトポグラフィー（topography）や、表面冶金（surface metallurgy）や、表面形状（geometry）にも依存する。異なる合金は、異なる圧力下で類似の曲線を示し、図1は実例として示されているだけである。

【 0 0 5 3 】

カムフォロワー滑り接触（cam follower sliding contact）に対する自動車用カムローブは、約0.1m/s、使用時には3m/sを超える滑り速度に付されたコンポーネントの良い例である。1988年には、Chatterley [T. C. Chatterley, "Cam and Cam Follower Reliability", SAE Paper No. 885033, 1988] が、CCI被覆ホウ化セラミックフォロワー（CCI, coated, boronized and ceramic followers）に対する多くのチルド鋳鉄（CCI）カムローブを試験する、MIRAエンジンのテストベンチをまとめた。1000MPaレベルは、SiNセラミック試験コンビネーション（SiN ceramic test combination）に対してCCIのみが合格したが、800MPaのヘルツレベルは、試験運転の大半について失敗のないものであった。

【 0 0 5 4 】

上記に基づいて、3つの滑り速度、すなわち、0.1、0.5及び2.5m/sで、潤滑剤として90で標準エンジンオイル（明細書の表1を参照）を用いて、この調査における摩耗試験が行われた。2.5m/sでは、すり減りが生じるまでヘルツ圧力を増加させながら段階的に試験が行われた。

【 0 0 5 5 】

市販の摩擦計、多目的摩擦摩耗計測機械を用いて、交差シリンダー（crossed cylinders）試験セットアップとともに、摩耗試験が行われた（図2）。ACサイリスタ制御モーターがカウンターリング（counter ring）を駆動する間、この摩擦計は、自重/負荷アーム（dead weight/load arm）によりシリンダー試料のホルダー（cylinder specimen holder）に常用負荷を加える。このカウンターリングは、約25mlのオイルでオイルバスに浸され、150まで加熱する選択肢がある。PCはこの試験を制御し、接点における直線変位（linear displacement）、摩耗、摩擦力及びオイル温度を記録する。変位変換器は試験シリンダーの上ではなく、負荷アームレバー（load arm lever）上に配置されるため、得られた直線変位は、摩耗痕（wear track）を超えて、直線摩耗（linear wear）の約3倍である。ヘルツ圧力は、シリンダーサンプルの直線摩耗hに比例し、それは、順に、摩耗痕の長さaに比例する。図3によって示されるように、この長さaは、光学顕微鏡を用いて視覚的に決定できる。

【 0 0 5 6 】

表1は、摩耗試験中に使用される潤滑油の性質を記載したものである。

【表 1】

表 1. 摩耗試験中に使用される潤滑油

SAEクラス/API等級	10W40/API SJ
油ベース	半合成
AW添加剤	ZnDDP
15℃におけるg/ml濃度 (ASTM D4052)	0.875
動粘性率 (mm ² /s) (ASTM D445)	
40℃	88
100℃	13.5
粘度指数 (ASTM D2270)	150

10

【0057】

表 2 は、試験中に使用されるプレアロイ鋼粉末を記載したものである。

【表 2】

表 2. 使用されるプレアロイ鋼粉末

ID	名称	Fe	Mn%	Cr%	Mo%	Ni%
R0 [参考試料]	Distaloy(商標名) DC-1	Bal. (残)	<0.3	—	1.4	2
A	Astaloy(商標名) CrL	Bal. (残)	0.12	1.5	0.2	—
B	Astaloy(商標名) 85 Mo	Bal. (残)	0.11	<0.1	0.9	—
C	—	Bal. (残)	0.13	1.8	<0.1	—

20

30

【0058】

Distaloy (商標名) DC-1、Astaloy (商標名) CrL 及び Astaloy (商標名) 85 Mo は、Hoganas AB (www.hoganas.com) から入手できる公知の粉末冶金プレアロイ鋼粉末である。粉末 C は、Astaloy (商標名) 85 Mo 及び Astaloy (商標名) CrL と同じやり方で製造される。

【0059】

表 3 及び 4 に要約されるように、この調査の試験試料は、焼結試験試料及び参考鑄鉄試料であった。

40

【0060】

【表 3】

表 3. 参考試料

ID	種類	製造方法
R1	DIN GJL-350 (Fe-3C-2Si-0.5Mn-0.3Cr-0.6Cu)	チルド鉄、研磨、窒化
R2	DIN GJL-350 (Fe-3C-2Si-0.5Mn-0.3Cr-0.6Cu)	チルド鉄、研磨

10

【 0 0 6 1 】

【表 4】

表 4. 粉末冶金により製造される試料

ID	組成物*	製造方法
C-R [参考]	粉末R+0.65%C-UF ₄ +0.5%MnS+0.6%Kenolube (商標名)	二重プレス／二重焼結 800MPa下で最初のプレスの後、約7.1g/cm ³ 濃度まで焼結。 1000MPa下で二回目のプレスの後、約7.1g/cm ³ 濃度まで焼結。
C-A	粉末A+0.45%C-UF ₄ +0.5%潤滑剤 (加熱された金型での圧縮成形に適したもの)	単一プレス／単一焼結+窒化 加熱された金型での圧縮成形の後、90% N ₂ /10%H ₂ 大気中1120℃で30分間、約7.25 g/cm ³ 濃度まで焼結。 75NH ₃ /25N ₂ の大気中510℃で、 <u>1時間のソーキング時間でガス窒化。</u>
C-B	粉末B+0.45%C-UF ₄ +0.5%潤滑剤 (加熱された金型での圧縮成形に適したもの)	単一プレス／単一焼結+窒化 加熱された金型での圧縮成形の後、90% N ₂ /10%H ₂ 大気中1120℃で30分間、約7.25 g/cm ³ 濃度まで焼結。 75NH ₃ /25N ₂ の大気中510℃で、 <u>1時間のソーキング時間でガス窒化。</u>
C-C	粉末C+0.45%C-UF ₄ +0.5%潤滑剤 (加熱された金型での圧縮成形に適したもの)	単一プレス／単一焼結+窒化 加熱された金型での圧縮成形の後、90% N ₂ /10%H ₂ 大気中1120℃で30分間、約7.25 g/cm ³ 濃度まで焼結。 75NH ₃ /25N ₂ の大気中510℃で、 <u>1時間のソーキング時間でガス窒化。</u>

20

30

40

*) MnSは、Hoganas AB (www.hoganas.com) から入手可能な機械加工剤 (machining agent) であり、Kenolube (商標名) は、Hoganas ABから入手可能な圧縮成形潤滑剤であり、C-UF₄は、Graphite Kropfmuhl AG (www.graphite.de) から入手可能なグラファイト製品である。

【 0 0 6 2 】

図 4 は、2.5 m/s での試験試料の評価からの結果を表している。驚くべきことに、

50

本発明に従って作製されたすべての試料が、参考試料 R 1 及び R 2、すなわち、チルド鋳鉄の参考例に匹敵するレベルに達していることが分かる。参考試料の C - R と本発明の C - A、C - B 及び C - C を比較すると、単一プレス / 単一焼結による焼結コンポーネントの新たな製造方法が実際にいかに効率的であるかが明確になる。

【 0 0 6 3 】

さらに、組成物 C - A について、3 つの速度の窒化ステップ前後での比較を行った。その結果は表 5 に見られる。

【 0 0 6 4 】

【表 5】

表 5. C - A に関する摩耗試験の結果

速度／時間	ヘルツ圧力 (MPa)		
		焼結したまま (As-Sintered)	窒化
100秒で2.5 m/s	1100		重大な摩耗／すり減り
	1000		安全／穏やかな摩耗
	900		安全／穏やかな摩耗
	600	重大な摩耗	
	500	重大な摩耗	
	380	重大な摩耗	
	320	重大な摩耗	
		直線摩耗／摩耗係数 k $h(\mu\text{m}) / (\text{mm}^3 / [\text{Nm}])$	
23時間で0.5 m/s	800	50/71	7/10
	500	36/20	5/2
23時間で0.1 m/s	800	19/2	6/2
	500	14/2	4/3

【 0 0 6 5 】

表 5 において、窒化ステップは材料の性質に不可欠であることが分かる。すでに、3 2 0 MPa のヘルツレベルにおいては、クレームに記載されたステップ a) から d) のみが行われ、窒化ステップ e) は行われなかったコンポーネントは、重大な摩耗を示した。一方、ステップ a) から e) を行ったコンポーネントは、初めて 1 1 0 0 MPa のヘルツレベルにおいて重大な摩耗を示した。すなわち、大幅に向上した。表 5 の結果は、図 5 に例示されている。

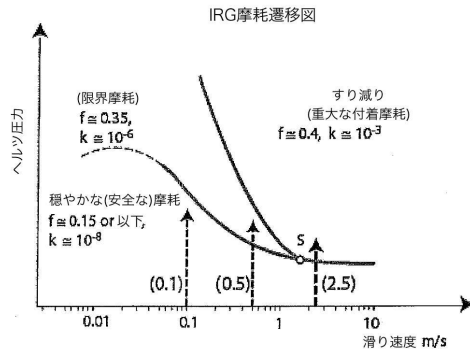
【 0 0 6 6 】

図 6 は、窒化試料 C - A の金属組織画像を示す。上記の結果で示された通り、高い耐付着摩耗性を備える白色の窒化物濃縮層 (nitride enriched layer) が焼結表面に見られる。

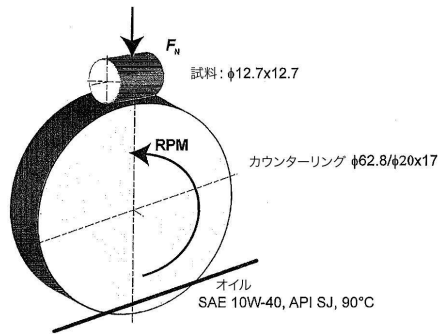
【 0 0 6 7 】

図 7 は、(ISO 4 4 9 8 : 2 0 0 5 及び ISO 4 5 0 7 : 2 0 0 0 による) ビッカースで測定された試料 C - A の硬度分析結果を示す。この図に見られる通り、硬度は 1 mm の深さで約 7 0 0 M H V _{0.05} であり、したがって、中心部の硬度の 2 倍よりも高い硬度を有するケースが形成された。

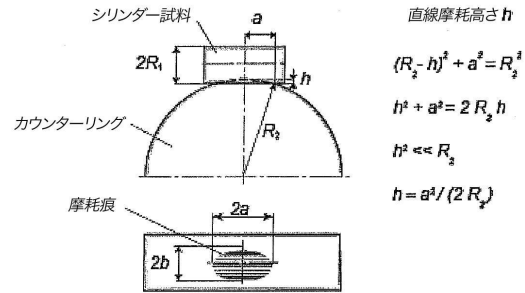
【図 1】



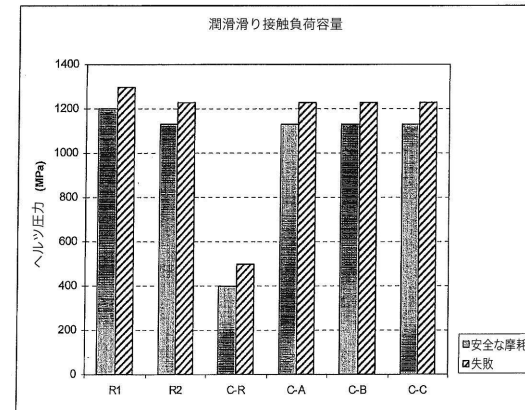
【図 2】



【図 3】

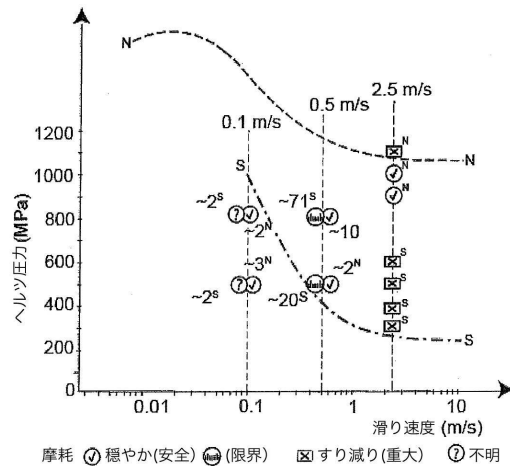


【図 4】



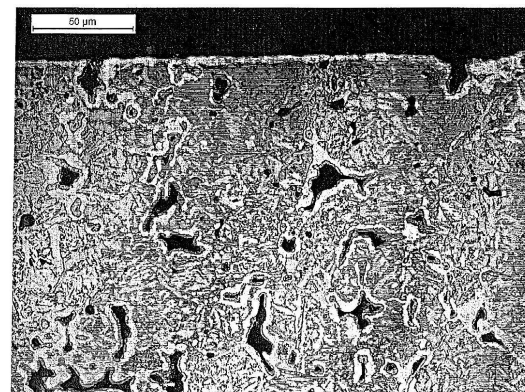
摩耗試験の結果。図は、コンポーネントがどのヘルツ圧力まで安全な摩耗を実証するか、そしてどの圧力で失敗が生じるかを示す。これら2つの値の間に重大な摩耗が生じるゾーンがある。値は、2.5m/sで測定された。

【図 5】



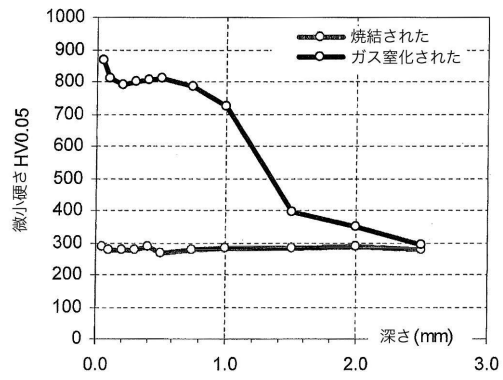
摩耗試験の結果。「S」は、焼結したまま(as-sintered)のコンポーネントを表し、「N」は、窒化されたコンポーネントを表す。

【図 6】



コンポーネントの表面上の白色窒化物層を示す顕微鏡画像

【図 7】



コンポーネント表面からの距離の関数としての硬度を示す微小硬さ曲線

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
B 2 2 F 3/24 (2006.01) B 2 2 F 3/24 K

(72)発明者 リトストレム、オラ
スウェーデン国、ヨンストルプ、ヨンストルプスヴェーゲン 1 0 6 エイ

(72)発明者 シュネイデル、エカルト
スウェーデン国、ニーハムンスレーゲ、レルハムン、カロリーネヴェーゲン 1

審査官 市川 篤

(56)参考文献 特開 2 0 0 3 - 3 1 3 6 4 9 (J P , A)
特開昭 5 7 - 0 5 1 2 4 0 (J P , A)
特開昭 6 1 - 2 7 6 9 4 9 (J P , A)
特開昭 6 0 - 1 7 7 1 7 4 (J P , A)
国際公開第 2 0 1 0 / 0 6 2 2 5 0 (W O , A 1)
特表 2 0 0 5 - 5 3 0 0 3 7 (J P , A)
特表 2 0 0 2 - 5 0 1 1 2 2 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
B 2 2 F 1 / 0 0 - 8 / 0 0
C 2 2 C 3 3 / 0 2