

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4909460号
(P4909460)

(45) 発行日 平成24年4月4日(2012.4.4)

(24) 登録日 平成24年1月20日(2012.1.20)

(51) Int. Cl. F I
B 2 2 F 1/00 (2006.01) B 2 2 F 1/00 U
C 2 2 C 33/02 (2006.01) C 2 2 C 33/02 A

請求項の数 10 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2000-528389 (P2000-528389)	(73) 特許権者	595054486
(86) (22) 出願日	平成11年1月21日 (1999.1.21)		ホガナス アクチボラゲット
(65) 公表番号	特表2002-501122 (P2002-501122A)		スウェーデン国 ホガナス (番地なし)
(43) 公表日	平成14年1月15日 (2002.1.15)	(74) 代理人	100066692
(86) 国際出願番号	PCT/SE1999/000092		弁理士 浅村 皓
(87) 国際公開番号	W01999/037424	(74) 代理人	100072040
(87) 国際公開日	平成11年7月29日 (1999.7.29)		弁理士 浅村 肇
審査請求日	平成17年11月10日 (2005.11.10)	(74) 代理人	100123180
審査番号	不服2010-3187 (P2010-3187/J1)		弁理士 白江 克則
審査請求日	平成22年2月15日 (2010.2.15)	(74) 代理人	100087217
(31) 優先権主張番号	9800154-8		弁理士 吉田 裕
(32) 優先日	平成10年1月21日 (1998.1.21)	(72) 発明者	アルビドソン、ヨハン
(33) 優先権主張国	スウェーデン(SE)		スウェーデン国、ニイハムンスラーゲ、ダ レンベーゲン 19

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 焼結製品調製用鋼粉末

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

後続の熱処理なしで引張り強さが少なくとも 800MPa、衝撃強さが少なくとも 19J である焼結製品を作製する方法であって、

- Cr 2.5 ~ 3.5 重量%、
- Mo 0.3 ~ 0.7 重量%、
- Mn 0.09 ~ 0.3 重量%、
- Cu < 0.10 重量%、
- Ni < 0.15 重量%、
- P < 0.02 重量%、
- N < 0.01 重量%、
- V < 0.10 重量%、
- Si < 0.10 重量%、
- W < 0.10 重量%、
- O < 0.25 重量%、
- C < 0.01 重量%、および

残部の鉄と0.5%以下の量の不可避不純物とからなる、水噴霧され且つ焼なましされた鉄基粉末を提供する段階と、

前記焼なましされた鉄基粉末に黒鉛を混合する段階と、

前記水噴霧され且つ焼なましされた鉄基粉末の混合体を少なくとも 600MPa の圧力

で成形する段階と、

成形体を高くとも 1220 の温度で 60 分未満、焼結する段階とを含む方法。

【請求項 2】

前記焼なましされた鉄基粉末が、 H_2 および制御された量の H_2O の存在下、還元雰囲気中で大気圧で焼なましされた鉄基粉末である請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記焼なましされた鉄基粉末が、本質的に不活性の雰囲気中で且つ CO の排出下で低圧で焼なましされた鉄基粉末である請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

$0.25 \sim 0.65$ 重量%の量の黒鉛を、前記成形する段階の前に前記焼なましされた鉄基粉末に混合する請求項 1 から請求項 3 までのいずれか一項に記載の方法。

10

【請求項 5】

$0.3 \sim 0.5$ 重量%の量の黒鉛を、前記成形する段階の前に前記焼なましされた鉄基粉末に混合する請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

Cr 含有量が $3 \sim 3.5$ 重量%の前記鉄基粉末では、黒鉛の量が $0.25 \sim 0.5$ 重量%である請求項 1 から請求項 5 までのいずれか一項に記載の方法。

【請求項 7】

焼結温度が 1200 未満である請求項 1 から請求項 6 までのいずれか一項に記載の方法。

20

【請求項 8】

焼結温度が 1150 未満である請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

焼結時間が 50 分未満である請求項 1 から請求項 8 までのいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

焼結時間が 40 分未満である請求項 9 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

(発明の分野)

本発明は、クロム基合金鋼粉末に関する。より詳細には、本発明は、鉄およびクロムに加えて Mo および Mn も含む低酸素、低炭素の合金鋼粉末と、その調製に関する。また本発明は、この粉末から焼結部品を調製する方法、ならびにその焼結部品にも関する。

30

【0002】

(発明の背景)

最近、粉末冶金によって様々な合金鋼粉末から製造された焼結機械部品用の材料を強化するための、様々な技法が開発されている。低酸素、低炭素の鉄粉中に、合金元素のクロム、モリブデン、およびマンガンを使用することが、例えば米国特許第 4266974 号や EP (欧州特許) 0653262 に提案されている。どちらの公報でも、この粉末のベース材料は、水噴霧され還元焼なましされた粉末である。米国の公報は、酸素および炭素の含有量が低い粉末を得るための最も重要なステップ即ち段階が焼なましステップ即ち焼なまし段階であり、好ましくは減圧下で、特に真空誘導加熱によって行うべきであることを開示している。またこの米国特許は、還元焼なましのその他の方法では、その商用規模での導入が制限されるという欠点を伴うことも開示している。 EP 出願には、還元焼なましについて何も開示されていない。米国特許による合金元素の有効な量は、クロムが 0.2 重量%から 5.0 重量%の間、モリブデンが 0.1 重量%から 7.0 重量%の間、マンガンが 0.35 重量%から 1.50 重量%の間である。 EP 公報では、有効な量が、クロムが 0.5 重量%から 3 重量%の間、モリブデンが 0.1 重量%から 2 重量%の間、マンガが多くとも 0.08 重量%であるべきことを開示している。米国特許による発明の目的は、粉末の高圧縮性および高成形性と、焼結体の浸炭や焼入性などの良好な熱処理性への需要を満たす粉末を提供することである。 EP 出願に開示されている発明を使用するとき

40

50

の重大な欠陥とは、廉価なスクラップを使用できないということであり、それはこのスクラップが、通常マンガンを0.08重量%よりも多く含むためである。これに関連してEP出願は、Mn含有量を0.08重量%以下のレベルに減少させるために、特定の処理を用いなければならないことを教示している。その他の問題とは、還元焼なましと、クロムやマンガンなど酸化に敏感な元素を含んだ水噴霧鉄粉で酸素および炭素含有量を少なくする可能性について、何も教示されていないことである。この点について与えられた唯一の情報が実施例1の中にあるようであり、これは、最終還元を行わなければならないことを開示している。

【0003】

(発明の概要)

簡単に言えば、本発明は、クロムを2.5~3.5重量%、モリブデンを0.3~0.7重量%、マンガンを0.09~0.3重量%含む、クロム基の低酸素、低炭素の鉄粉に関する。この組成によれば、水噴霧と還元焼なましをした費用のかからない原材料から、優れた機械的性質を有する焼結部品を製造することができる。

【0004】

思いがけずに本発明による粉末から準備された焼結製品は、高引張り強さ、高靱性、および高寸法精度の組合せによって特徴付けられることがわかった。なお驚くべきことは、これらの性質を、焼結製品に熱処理を行わずに得ることができるということである。したがって、少なくとも800MPaの引張り強さと少なくとも19Jの衝撃強さを併せ持つ焼結製品が、約1120、焼結時間約30分で動作する高出力ベルト炉などの費用効果のある焼結装置で得られることがわかった。

【0005】

Crの量は2.7重量%から3.3重量%の間で変化し、Moの量は0.4重量%から0.6重量%の間で変化し、Mnの量は0.09重量%から0.3重量%の間で変化することが好ましい。

【0006】

本発明の合金鋼粉末は、上記に限定した合金元素の組成を有するように調製された溶製鋼を、任意の既知の水噴霧法にかけることによって、容易に製造することができる。水噴霧粉は、この水噴霧粉のO:Cの重量比が1から4の間になるように、好ましくは1.5から3.5の間、最も好ましくは2から3の間になるように、かつ炭素含有量が0.1重量%から0.9重量%の間になるように、焼なましの前に調製されることが好ましい。本発明によるその他の処理では、この水噴霧粉は、PCT/SE97/01292(参照により本明細書に組み込む)に記載されている方法により焼なましすることができ、この方法は、より具体的には以下の段階を含む方法に関するものである。

a) 本質的に、鉄と、任意選択でクロム、マンガン、銅、ニッケル、バナジウム、ニオビウム、ホウ素、ケイ素、モリブデン、およびタングステンからなる群から選択された少なくとも1種の合金元素とからなる水噴霧粉を調製する段階、

b) 少なくともH₂ガスおよびH₂Oガスを含有する雰囲気中で、この粉末を焼なましする段階、

c) 脱炭プロセス中に形成された少なくとも1つの炭素酸化物の濃度を測定する段階、または

d) 炉の長手方向で互いに所定の距離に位置する少なくとも2点で、本質的に同時に酸素ポテンシャルを測定する段階、または

e) 炉内の少なくとも1点で酸素ポテンシャルを測定することと併せて、c)による濃度を測定する段階、

f) この測定の助けを借りて、脱炭雰囲気中のH₂Oガスの含有量を調整する段階。

【0007】

容易に酸化された低量の合金元素を含む、低酸素、低炭素の鉄基粉末の調製に使用することができる他の方法が、同時係属のスウェーデン出願9800153-0に開示されている。この方法は、

10

20

30

40

50

本質的な不活性ガス雰囲気中で気密炉に水噴霧粉を充填し、この炉を閉じる段階、好ましくは直接電気で加熱またはガスで加熱することによって、炉の温度を800～1350の温度に上昇させる段階、COガスの形成の増加を監視し、COの形成に著しい増加が観察されたときにこの炉からガスを排出する段階、およびCOガスの形成の増加が少なくなったときにこの粉末を冷却する段階を含む。

【0008】

次いで、焼なましした低酸素、低炭素粉末に、焼結製品の最終用途により決定される量の黒鉛粉末と、任意選択でCu、P、B、Nb、V、Ni、Wの群から選択された少なくとも1種の合金元素を混合する。通常、添加する黒鉛の量は、鉄基粉末の0.15重量%から0.65重量%の間で様々であり、ステアリン酸亜鉛やH-waxなどの潤滑剤は、鉄基粉末の1重量%までの量で様々である。次いでこの混合物を、従来の成形圧力で、すなわち400～800MPaの圧力で成形し、1100から1300の間の温度で焼結する。しかし、好ましいことには且つまったく予想外のことであるが、本発明による粉末から準備した製品は、やはりこの粉末を低温で、すなわち約1220よりも低い温度で、好ましくは1200よりも低い温度で、または約1150よりもなお低い温度で、かつ比較的短い焼結時間で、すなわち45分などの1時間よりも短い焼結時間で焼結したときに、優れた機械的性質を示す。通常この焼結時間は約30分である。

【0009】

本発明の合金鋼粉末および焼結体のそれぞれの成分がある範囲内に限定される理由は、以下の通りである。

【0010】

合金鋼粉末中のCが0.01%以下である理由は、Cが、鋼中に浸透するときに固溶体を形成することによってフェライト地を硬化する役目をする元素だからである。C含有量が0.01重量%を超える場合、この粉末は相当に硬化し、商業的な使用を意図した粉末としてはその圧縮性があまりに不十分になる。

【0011】

焼結製品中のCの量は、本発明の合金鋼粉末に混合される黒鉛粉末の量によって決定される。典型的にはこの粉末に添加する黒鉛の量は、0.15重量%から0.65重量%の間である。Cr含有量が3%から3.5%の間の粉末では、添加する黒鉛の量はいくらか少なく、好ましくは0.15%から0.5%の間である。焼結製品中のCの量は、粉末に添加する黒鉛の量と本質的に同じである。

【0012】

以下の成分の限定された量は、合金鋼粉末と焼結体の両方に共通である。

【0013】

成分Mnは、焼入性を改善することによって、また固溶体硬化によって、鋼の強度を改善する。しかしMnの量が0.3%を超える場合、フェライト硬さは固溶体硬化によって増大し、このため圧縮性が不十分な粉末になる。Mnの量が0.08%未満の場合は、鋼を製造する過程でMnを減少させるための特定の処理を行わない限り、通常Mn含有量が0.08%を超える廉価なスクラップを使用することは可能ではない(EP653262、p.4、第42～44行参照)。したがって本発明によるMnの好ましい量は、0.09～0.3%である。含有量が0.007%よりも少ないCと組み合わせることにより、このMnの範囲で最も興味深い結果が与えられる。

【0014】

成分Crは、焼入性を改善するがフェライト硬さを著しく増大させない焼結製品を提供するので、鋼粉末中の適切な合金元素である。焼結後に十分な強度を得るため、Cr含有量は2.5%以上が好ましい。Cr含有量が3.5%よりも多いと、酸化物および/または炭化物の形成に関連する問題が生じる。そのうえCr含有量が3.5重量%を超える場合、焼入性は、焼結製品を実用的な適用分野で使用するには高くなりすぎる。高引張り強さ

10

20

30

40

50

と高衝撃強さを兼ね備えたものを実現するため、Crが2.5～3.5%という狭い範囲を選択することの重要性が、同封の図1にさらに開示されている。

【0015】

成分Moは、焼入性の改善によって、また固溶体硬化および析出硬化によって、鋼の強度を改善する役割をする。Mo成分が0.3%よりも少ない場合、これらの性質に及ぼす影響はごくわずかである。さらにMoの量は、この合金元素のコストが原因で、好ましくは0.7%を超えるべきではないことが好ましい。

【0016】

一般に、高強度の焼結体と圧縮性の高い粉末を得るためには、低量のSおよびP、すなわち0.01%よりも少ない量のSおよびPが必要とされ、本発明により使用されたこの粉末中のSおよびPの量は、0.01重量%より少ない。

10

【0017】

成分Oは、焼結体の機械的強度に大きな影響を及ぼし、一般にOの量は、可能な限り少なく保たれるべきであることが好ましい。OはCrと共に安定な酸化物を形成し、これが適正な焼結メカニズムの妨害を誘発する。したがってOの量は、0.2%を超えないことが好ましい。この量が0.25%を超える場合、大量の酸化物が発生する。

【0018】

成形体の焼結は、1220よりも低い温度で行うことが好ましく、より好ましくは1200よりも低い温度であり、最も好ましくは1150よりも低い温度である。以下の実施例に開示するように、1120程度に低い温度で30分間だけ焼結すると、どのような熱処理も続けて行うことなく思いがけずに良好な引張り強さが得られる。高温で、すなわち1220よりも上の温度では、望ましくないことであるが焼結にかかるコストが増加し、したがって工業的な観点から見た場合、本発明による粉末および方法を非常に魅力あるものにする。

20

【0019】

冷却速度が0.5/秒より遅いとフェライトが形成され、冷却速度が2/秒を超えるとマルテンサイトが形成される。とりわけ鉄粉の組成と、添加した黒鉛の量に応じ、ベルト炉に典型的な冷却速度、すなわち0.5～2/秒で、良好な強度と靱性を兼ね備えたものとして望ましい完全なベナイト構造が得られる。この意味で、本発明による焼結プロセスはベルト炉内で行うことが好ましいことも述べるべきである。

30

【0020】

本発明を、以下の実施例によってさらに例示する。

【0021】

実施例1

Cr含有量が2重量%から3重量%の間であり、Mo含有量が0.5重量%であり、Mn含有量が0.11重量%である鋼粉末を、特許出願PCT/SE97/01292に記載されているように、水噴霧して焼なましを行った。量が0.3重量%から0.7重量%まで様々な黒鉛(C-UF4)を添加し、同様に潤滑剤H-wax0.8重量%も添加した。粉末を700MPaで成形し、次いでN₂90%/H₂10%の雰囲気中で30分間、1120で焼結した。以下の表1、2、および3に、準備した製品の圧粉密度(GD)、寸法変化(d_l/L)、硬度(Hv10)、引張り強さ(TS)、降伏強さ即ち耐力(Y_S)、および衝撃エネルギー(シャルピー)を開示する。

40

【表1】

粉末：2Cr 0.5Mo 0.1Mn

添加された黒鉛%	GD g/cc	d1/L	Hv10	TS MPa	YS MPa	シャルピー J
0.3	7.14	-0.072	200	669	521	23.5
0.4	7.11	-0.085	210	720	538	20.8
0.5	7.12	-0.072	221	761	576	21.2
0.6	7.10	-0.056	237	808	612	18.6
0.7	7.12	-0.025	261	861	698	16.8

10

【表 2】

粉末：2.5Cr 0.5Mo 0.11Mn

添加された黒鉛%	GD g/cc	d1/L	Hv10	TS MPa	YS MPa	シャルピー J
0.3	7.13	-0.089	218	731	534	25.8
0.4	7.12	-0.077	227	762	561	22.1
0.5	7.11	-0.065	251	814	595	20.4
0.6	7.11	-0.044	268	877	679	18.5
0.7	7.07	-0.019	361	1007	732	16.1

20

【表 3】

粉末：3Cr 0.5Mo 0.11Mn

添加された黒鉛%	GD g/cc	d1/L	Hv10	TS MPa	YS MPa	シャルピー J
0.3	7.10	-0.106	234	754	526	24.0
0.4	7.10	-0.076	247	804	563	20.7
0.5	7.10	-0.034	257	856	623	18.0
0.6	7.09	-0.001	315	969	704	16.4
0.7	7.04		508		685	15.6

30

【 0 0 2 2 】

実施例 2

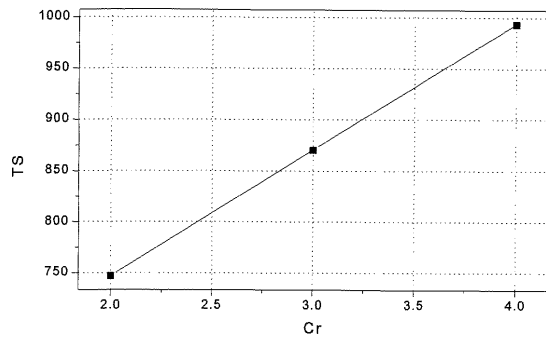
Mn含有量が多すぎると、固溶体硬化によってフェライト硬さが増すことが原因となり、圧縮性に悪い影響を及ぼす。このことは、潤滑ダイ600MPaでのFe-3Cr-0.5Mo粉末の圧縮性を開示する表2に例示されている。

【表 4】

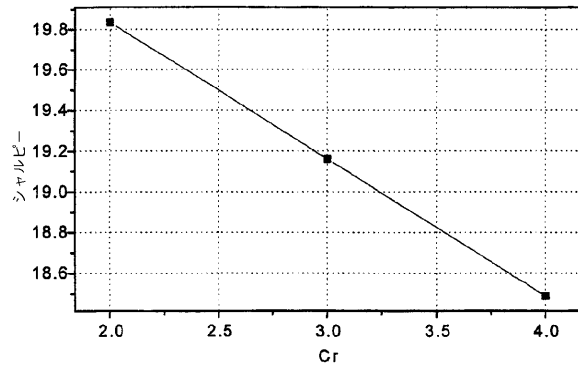
粉末	C [%]	O [%]	Mn [%]	GD [g/cc]
A	0.003	0.12	0.09	7.00
B	0.004	0.14	0.12	6.98
C	0.004	0.13	0.18	6.90
D	0.004	0.13	0.28	6.81

40

【 図 1 】



【 図 2 】



フロントページの続き

(72)発明者 エリクソン、オラ
スウェーデン国、ホガナス、ラントマンナガタン 3

合議体

審判長 吉水 純子

審判官 野田 定文

審判官 小柳 健悟

(56)参考文献 特開平6 - 306403 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C22C33/02

B22F1/00

B22F9/08