

Development of Nitrided P/M High Speed Steel with High Toughness

細見 凌平<sup>\*1</sup> 三浦 滉大<sup>\*2</sup> 越智 亮介<sup>\*3</sup> 山本 隆久<sup>\*4</sup> 大西 真也<sup>\*5</sup> 澤田 俊之<sup>\*6</sup> HOSOMI Ryohei, MIURA Kodai, OCHI Ryosuke, YAMAMOTO Takahisa, OHNISHI Shinya, SAWADA Toshiyuki

Synopsis: P/M high speed steel is used as a material for dies and tools used in plastic processing. In recent years, dies tend to be used under tough conditions. Dies are subject to damage due to deformation, cracking, and wear, and shortening of their life is a problem. Therefore, materials that have not only high hardness and toughness but also excellent wear resistance and seizure resistance are required. To solve this problem, nitrided P/M high speed steels that contain high concentration of nitrogen were developed. Nitrided P/M high speed steel that has excellent wear resistance and seizure resistance is achieved by dispersing carbonitrides with excellent slipperiness.

In this study, assuming the use of dies under higher load conditions, the compositions of nitrided P/M high speed steel based on the composition of SPM<sup>®</sup>R8 that shows the highest toughness among P/M high speed steels were investigated. As a result of evaluating hardness for four levels of Co content, it was found that when Co content was medium or more, superior hardness was obtained compared to conventional nitrided P/M high speed steel. By increasing Co content that has the effect of raising the martensitic transformation start temperature, it was thought that the forming of retained austenite was suppressed and high hardness was obtained. As a result of evaluating toughness, it was found that when Co content was medium or more, high toughness was obtained.

Keywords: powder metallurgy; P/M high speed steel; nitriding; martensitic transformation start temperature; retained austenite.

# 1. 緒言

塑性加工部品におけるニアネットシェイプ化、被加工材 の高強度化に伴い、これらの塑性加工に用いる金型や工具 用の材料として、粉末ハイスが用いられている。しかし、 金型はさらに過酷な環境下で使用される傾向にあり、例え ば寸法精度の向上や加工速度の上昇により金型への負荷が 増加する。したがって使用される金型は変形、割れ、摩耗 等を起因とした損傷の抑制が課題となり、高硬度かつ高靭 性であり、さらに耐摩耗性や耐焼付き性を兼ね備えた材料 が求められる。一般的な対策として、金型表面にTiAINな どの硬質相を物理吸着により成膜させることがある<sup>1)</sup>。た だし、これら硬質相は5μm以下と非常に薄く、剥がれや すいため、金型の短寿命に繋がる。これに対し、当社では 窒素を高濃度に含有した窒化粉末ハイスを開発した<sup>2)</sup>。窒 化粉末ハイスは、炭化物と共に滑り性に優れた炭窒化物が 分散することで、高い耐摩耗性と耐焼付き性が得られる。 その中でもSPM<sup>®</sup>X4N<sup>3)</sup>は従来の粉末ハイスと比較して耐 摩耗性と耐焼付き性が優れるうえ、高靭性であることから 高負荷を受ける金型などの用途に適用することができる。

本研究では更なる高負荷環境下での金型使用を想定し、 従来より高い靭性を有する窒化粉末ハイスの開発を目的と して成分を検討した。ベース成分として、金型やプラス チック射出成形機用スクリューなどに用いられ、当社粉末 ハイス(「窒化」ではなく「一般の」粉末ハイス)の中で最 も高靭性を示すSPM<sup>®</sup>R8<sup>4)</sup>を用いた。

\*1 粉末事業部 粉末技術部 技術3グループ

- \*2研究・開発センター 新商品開発室 商品開発2グループ
- \*3 粉末事業部 粉末営業部 大阪営業グループ \*4 粉末事業部 品質保証室 技術士(金属部門)

<sup>\*5</sup> 粉末事業部 粉末製造部 粉末製造課

<sup>\*6</sup> 研究・開発センター 新商品開発室長 博士(工学)

#### 2. 実験組成の検討

Fig. 1に示す通り、SPM®R8は当社の一般的な粉末ハイ スであるSPM®23やSPM®30と比較して、加工フォーマ スター試験によるマルテンサイト変態開始温度M。点が低 い。また本研究ではSPM®R8が含有するCを置換する形で Nを添加するが、Fig. 2に示す通り、Nへの置換量が増加 するに伴いM。点は低下し、Fig. 2の右端のプロットで示 した当社窒化粉末ハイス(SPM®X4N)と同量の窒素含有量 におけるM。点は、Nを置換しない組成と比較して14K低下 することが分かった。なおFig. 2のM。点は熱力学ソフト ウェアTharmo-Calcにおいて1423Kの焼入を想定して得 られた γ組成から、従来より提案されているM。点計算式<sup>5)</sup> を用いて算出した。M。点の低下により焼入れで過度な残 留オーステナイト y<sub>R</sub>が生成し、硬さ低下が予想されたこ とから、M。点を上昇させる成分の検討を行った結果、M。



Fig. 1  $M_s$  temperature of SPM®23, SPM®30 and SPM®R8 obtained from formastor tests.



Fig. 2  $M_{s}$  temperature of SPM  $^{\circledast}R8$  with C replaced by N obtained from Thermo-Calc.

Table 1 Compositions of test materials.

Alloy	Fe	Со	С	Cr	Мо	V
0-Co	Bal.	0				
Low-Co	Bal.	Low	Patent Composition			
Medium-Co	Bal.	Medium	(Equi	valent	to SPN	/®R8)
High-Co	Bal.	High				,

点計算式<sup>5)</sup>よりCoがM<sub>s</sub>点上昇に有効であることが分かった。

そこで本研究では、Coを除くSPM®R8の成分とN置換 量を固定し、Co量を無添加、少量添加、中量添加、多量 添加の4水準に変化させた材料を作製することで、窒化粉 末ハイスの諸特性に及ぼすCo量の影響を評価した。

### 3. 実験方法

実験組成はTable 1に示す4水準である。原料粉末はガ スアトマイズ法にて作製し、300 $\mu$ m以下に分級したのち 窒化処理<sup>6)</sup>を実施した。これら粉末を金属製の缶で脱気、 封入し、1443K、147 MPaの条件で熱間静水圧プレス (HIP)により $\phi$ 110×250mmのサイズに固化成形した。 得られた固化成形体に対し1373Kで $\phi$ 50×1000mmの サイズに鍛造を行い、試験片を採取した。

得られた試験片から基礎特性としてミクロ組織を調査 した。ミクロ組織観察では焼入温度1398K、焼戻し温度 813Kで熱処理した試験片で評価を行った。

機械的特性として、ロックウェル硬さ、シャルピー衝撃 値、抗折強度を評価した。シャルピー衝撃試験は10R-C ノッチの試験片を用い、抗折試験は4×8×40 mm程度の 試験片を用いて評価した。ロックウェル硬さ、シャルピー 衝撃値については焼入温度1298~1398K、焼戻し温度 773~833K、抗折強度については焼入温度1298K、焼 戻し温度813Kで熱処理した試験片で評価を行った。

耐摩耗性の評価として、大越式摩耗試験を実施した。相 手リングSCM420、摩擦距離200m、最終荷重20.6Nの 条件の下、摩擦速度: 0.054m/s、0.51m/s、3.62m/s における比摩耗量を測定した。本研究でベース組成として 用いるSPM®R8はプラスチック射出成形機用スクリュー などの耐食性が求められる部品に使用されることから、 本研究で作製した材料に対しても耐食性の評価を実施し た。耐食性の評価として、各種酸溶液に試験片を浸漬した 腐食度を測定した。酸溶液は、塩酸、蟻酸、リン酸、臭 化水素酸(各濃度1規定)の4種類を使用し、試験片を313K で21.6ks浸漬した後の腐食減量で評価した。耐摩耗性、 耐食性の評価に関しては、硬さを揃える目的で0-Coは焼 入れ温度1373K、焼戻し温度813K、残り3水準は焼入れ 温度1398K、焼戻し温度813Kでそれぞれ熱処理した試 験片を用いて評価を行った。また、熱間加工性評価のた め、グリーブル試験を実施した。鍛造後の試験片に対し、 1223~1473Kで引張試験を行い、絞り値を測定した。

### 4. 結果と考察

#### 4.1 ミクロ組織

Fig. 3に本研究で作製した4組成に加え、SPM<sup>®</sup>X4Nの

特 集 SEMによる反射電子像を示す。EDX分析による微小領域 分析を実施した結果、本研究で作製した4組成からは、Fe のマトリックス相に加え、V系炭窒化物およびCr系炭化物 が観察された。一方で、SPM<sup>®</sup>X4NではFeのマトリックス 相に加え、V系炭窒化物およびMo、W系炭化物が観察さ



Fig. 3 Cross-sectional back scattered electron images of test materials and SPM<sup>®</sup>X4N.

れた。

本研究で作製した4組成における炭化物および炭窒化物 の平均粒径をFig.4に示す。平均粒径はFig.3のSEM画像 に対して二値化処理を施すことで算出した。なお二値化 処理において、V系炭窒化物とCr系炭化物は区別すること ができなかった。本研究で作製した4組成の平均粒径は約 0.3µmで微細分散しており、Co量による平均粒径の変化 は見られなかった一方、SPM<sup>®</sup>X4NではV系炭窒化物が本 研究で作製した4組成と同程度であるものの、Mo、W系 炭化物は1µmを超える粒径であることが分かった。



Fig. 4 Average particle size of carbonitride and carbide of test materials and SPM®X4N.



Fig. 5 Quenched and tempered hardness of (a) 0-Co, (b) Low-Co, (c) Medium-Co and (d) High-Co.

#### 4.2 ロックウェル硬さ

Fig. 5に焼入温度1298~1398K、焼戻し温度773~ 833Kで熱処理した各試験片のロックウェル硬さを示す。 焼入ままや低温の773K焼戻しに着目すると、焼入温度 の上昇に伴い低硬度となる傾向があり、Low-Co以下の Co量で顕著であった。この低硬度はγ<sub>R</sub>量が増加すること によるものと推測されたため、各試験片に対しγ<sub>R</sub>量を測 定した。なおγ<sub>R</sub>量の測定については、X線回折装置(ター ゲット Cu-Kα線)を用いて測定した。γ<sub>R</sub>量は直接比較法



Fig. 6 Relationship between hardness and  $\gamma_{R}$  of test materials when quenched at 1348K.







Fig. 8 Relationship between hardness and  $\gamma_R$  of test materials when guenched at 1348K and tempered at 773K.

により、αFe(200)、(211)および y Fe(200)、(220)、 (311)の合計5本のピークを用いて算出した。

1348K焼入ままの各試験片のロックウェル硬さと y<sub>R</sub> 量をFig. 6に示す。0-Co、Low-Coは γ<sub>2</sub>量が多く低硬度 であったが、Co増量により γ<sub>R</sub>量は減少し、硬さは向上し た。Fig. 7に示すM<sub>s</sub>点(計算値)とCo量の関係から、Co量 の増加に伴いM。点が上昇しており、Co量増加による γ<sub>R</sub> 量の減少、硬さの向上に寄与したと考えられる。またFig. 8にて1348K焼入773K焼戻後の各試験片のロックウェ ル硬さと y<sub>R</sub>量を示す。焼入ままの場合と同様に0-Co、 Low-Coで低硬度かつ高y<sub>R</sub>量となった。焼戻によりMedium-Co、High-Coは y<sub>R</sub>が分解したことにより高硬度化 した一方、0-Co、Low-Coは y<sub>R</sub>の分解が進行せず、硬さ も焼入ままと比較して変化が見られなかった。結果とし て、Fig. 9に示す各試験片の焼入焼戻後の最高硬さはMedium-Co、High-Coにおいて65HRC以上とSPM®X4N<sup>3)</sup> と同等以上の硬さを有していたが、0-Co、Low-Coで 65HRCを下回る硬さであった。Co添加量の増加に伴い M<sub>s</sub>点が上昇し、γ<sub>R</sub>の生成が抑制されたことにより高硬度 化したものと考えられる。





Fig. 10 Relationship between Charpy impact value and Rockwell hardness.

#### 4.3 シャルピー衝撃値および抗折強度

本研究で作製した4組成と当社従来の窒化粉末ハイスで 最も優れた靭性を有するSPM®X4Nのロックウェル硬さと シャルピー衝撃値の関係をFig. 10に示す。Co添加量の増 加に伴い靭性は向上し、Medium-Co、High-Coにおいて はSPM®X4Nを上回る靭性を有することが分かった。

抗折強度をFig. 11に示す。いずれの試験片も61.0± 0.5HRCにおける抗折強度を示している。本研究で作製し た4組成はいずれもSPM®X4Nの抗折強度を上回った。ま たシャルピー衝撃試験での結果と同様に0-Co、Low-Co に対し、Medium-Co、High-Coは抗折強度が向上する傾 向が示された。

# 4.4 その他特性(大越式摩耗試験、耐食試験およびグリー ブル試験)

Fig. 12に本研究で作製した4組成とSPM®R8、SP-M®X4Nの大越式摩耗試験の結果を示す。いずれの組成も 摩擦速度の上昇に伴い、比摩耗量も増加した。本研究で作 製した4組成はCo量にかかわらずSPM®R8と同等程度の 優れた耐摩耗性を示した。

耐食性の評価結果をFig. 13に示す。本研究組成やベース組成であるSPM®R8はいずれの酸溶液に対してもSP-M®X4Nと比較して優れた耐食性を有することが分かった。SPM®R8の優れた耐食性が窒化した場合においても 維持されていることが分かった。

グリーブル試験にて得られた試験温度と絞り値の関係を Fig. 14に示す。本研究で作製した4組成はいずれのCo量 においてもSPM®R8やSPM®X4Nの絞り値と同等以上であ り、熱間加工性に問題がないことを確認した。

### 5. 結言

従来の窒化粉末ハイスを上回る硬度・靭性を有する新た な窒化粉末ハイスの開発を目的とし、高靭性粉末ハイス SPM®R8のCの一部をNに置換した組成をベースとし、諸 特性に及ぼすCo添加量の影響を検討した。ガスアトマイ ズ粉末を窒化処理し、HIP処理後に鍛造した材料に対して 評価した結果を以下に示す。

- (1)焼入ままや773K焼戻しの硬度に着目すると、焼入温 度の上昇に伴い低硬度となる傾向があり、Low-Co以 下のCo量で顕著であった。また1348K焼入ままの 各試験片のロックウェル硬さとy<sub>R</sub>量を確認すると、 O-Co、Low-Coはy<sub>R</sub>量が多く低硬度であったが、Co 増量によりy<sub>R</sub>量は減少し、硬さは向上した。M<sub>s</sub>点と Co量の関係から、Co量の増加に伴いM<sub>s</sub>点が上昇して おり、Co量増加によるy<sub>R</sub>量の減少、硬さの向上に寄 与したと考えられる。
- (2)シャルピー衝撃試験の結果から、Medium-Co、High-



Fig. 12 Relationship between wear rate and sliding speed obtained from Ohgoshi type wear test.

Sliding speed (m/s)



Fig.14 Result of the Gleeble test.

(3) 耐摩耗性、耐食性、熱間加工性について、本研究組成 はベース組成であるSPM®R8と比較して同等以上の特 性が得られた。

以上の結果から、本研究組成においてMedium-Co、 High-Coは従来の窒化粉末ハイスを上回る硬度・靭性を有 するとともに、高い耐摩耗性、耐食性を有し、優れた窒化 ハイスとして有望であることが分かった。上記材料を金型 に適用することで長寿命化が期待でき、部品製造プロセス の効率化に寄与すると考えられる。

# 参考文献

- 1) 澤辺弘:鉄と鋼, 76(1990)5, 649.
- 2) "耐摩耗性・耐焼付き性に優れた窒化粉末ハイス SPMX シリーズ":山陽特殊製鋼技報,24(2017)1, 64.
- 3) "窒化粉末ハイス SPMX4N":山陽特殊製鋼技報, 20(2013)1, 74.
- 4) 清水敬介, 春名靖志, 西川俊一郎, 馬野則之: まてり あ, 48(2009)1, 35.
- 5) 門間改三: 鉄鋼材料学, 実教出版, (1981), 160.
- 6) 前田雅人:山陽特殊製鋼技報,21(2014)1,47.











澤田 俊之



特 集

Sanyo Technical Report Vol.32 (2025) No.1

細見 凌平

# ■著者

三浦 滉大