

鉄粉および金型の加熱なしの成形で高密度成形体を実現する 偏析防止処理鉄粉

Segregation Free Premixed Iron Powder Providing High Green Density by Conventional Compaction Process without Heating Powder and a Die Cavity

尾崎由紀子 OZAKI Yukiko JFE スチール スチール研究所 鉄粉・磁性材料研究部 主任研究員(課長)・理博
尾野 友重 ONO Tomoshige JFE スチール スチール研究所 鉄粉・磁性材料研究部 主任研究員(課長)
宇波 繁 UNAMI Shigeru JFE スチール スチール研究所 鉄粉・磁性材料研究部 主任研究員(副課長)

要旨

JFE スチールは、新規潤滑剤 HDX を配合した、常温高密度成形用偏析防止処理粉を開発した。潤滑剤 HDX は、少量の添加で十分な潤滑機能を示し、鉄粉に配合する潤滑剤量を 0.4 mass% と、従来の偏析防止処理粉の半分にまで低減できる。その結果、一般的な量産成形、すなわち、鉄粉を加熱せずに、繰り返しの成形過程における摩擦熱で、60°C 程度に温度上昇した状態の金型に充填し、686 MPa の圧力による成形で、温間成形並の高密度の圧粉体(7.30 Mg/m³)の製造が可能となった。

Abstract:

JFE Steel has developed a new segregation free premixed powder containing a novel lubricant HDX. Because of its excellent lubricating ability, 0.4 mass% addition of HDX, which is half of lubricants contained in ordinary premixed powders, is sufficient for lubrication during compaction and ejection. Consequently, the developed premixed powder can provide the high density of 7.30 Mg/m³ comparable to that of a warm compaction under the ordinary pressing process comprised of filling unheated powder into a die cavity heated up around 60°C owing to the friction between iron powder and the die during repeating compactions, and pressing at 686 MPa.

1. 緒言

焼結部品の開発では、小型化および高強度化が志向され、この動きに対応して各種高密度工法が提案されてきた。まず、成形体の加圧過程を 2 回ともなう、2 回成形・2 回焼結(DPDS: double press/double sintering)法、および焼結体を熱間鍛造する焼結鍛造法が開発された¹⁾。その後、金型と鉄粉を 130°C 程度に加熱しつつ成形し、1 回の加圧過程で成形体の高密度化を実現する温間成形(WC: worm compaction)法^{2,3)}が提案された。WC は、汎用プレス機に金型と鉄粉の加熱装置を付加することで対応でき、他の高密度化工法に比べ、比較的設備コストが安価なため、電動工具部品や一部の自動車部品製造で実用化された。しかしながら、金型や鉄粉の高精度な温度管理、温間での潤滑剤変質による粉体特性の劣化などの課題が多く、普及のスピードは遅い。

Fig. 1 は、Fe-2.0 mass%Cu-0.8 mass%黒鉛(C)系混合粉に添加する潤滑剤量と、空隙率が 0 vol%となる理論到達圧粉体密度の関係を示す。この計算では、各原料の真密度をそ

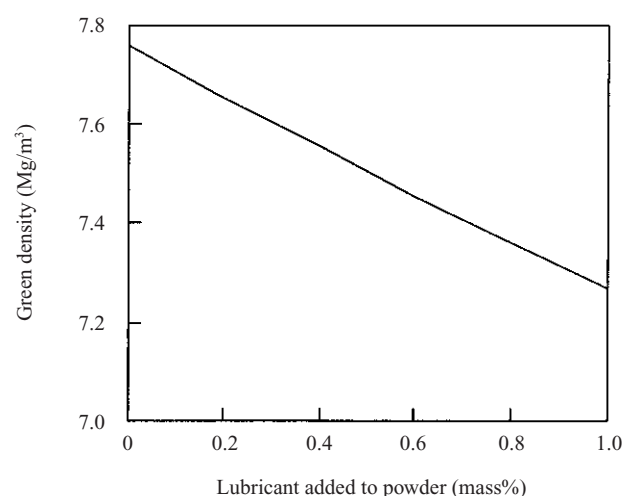


Fig. 1 Estimated pore-free green density of iron mixture Fe + 2.0 mass%Cu + 0.8 mass%C + X mass%lubricant vs. lubricant content X

れぞれ、Fe:7.87 Mg/m³, Cu:8.92 Mg/m³, C:2.3 Mg/m³, 潤滑剤:1.0 Mg/m³とした。図から明らかなように、原理的には、密度の低い潤滑剤の添加量を低減すれば、材料の加熱の有無によらず圧粉体の理論到達密度は高くなること

が分かる。しかし、実際には、従来の潤滑剤では、添加量を低減すると、粉体相互および粉体-金型間での摩擦抵抗が増大し、空隙率が十分減少しないため、潤滑剤低減は困難であると考えられてきた。そこで、JFE スチールでは、少量で優れた潤滑性能を発揮する潤滑剤の探索を行い、粉体-金型間の摩擦抵抗低減に有効な新規潤滑剤 HDX を採用した。これにより、偏析防止処理粉中に添加する潤滑剤量の低減が可能となり、一般的な量産成形条件で温間成形並の高密度材成形を可能にする偏析防止鉄粉を開発した。ここでいう、一般的な量産成形とは、鉄粉および金型は加熱せず、686 MPa 以下の成形圧力による成形を示す。ただし、量産成形では、繰り返しの成形体の抜き出しによる摩擦熱により、金型の温度は、常温から約 60°C 程度までの範囲で変動する⁴⁾。本報では、開発粉について基本的な特性を紹介し、さらに、金型温度が常温から 60°C の温度範囲で高密度化する機構について考察する。

2. 実験方法

2.1 供試粉

実験に供した混合粉は、アトマイズ純鉄粉(JFE スチール製 JIP 304A)、電解銅粉(福田金属箔粉工業(株)製 CE25)および天然黒鉛粉(日本黒鉛工業(株)製 J-CPB)を用いて、Fe-2 mass% Cu-0.8 mass% C-0.4~0.8 mass% 潤滑剤の配合とした。使用した潤滑剤の種類および添加量を **Table 1** に示した。開発材(以下、試料 A)には、常温高密度成形用に開発した、バインダおよび潤滑剤の混合物である潤滑剤 HDX、常温成形用の比較材である試料 B および C には、粉末冶金分野で標準配合となっているステアリン酸亜鉛、温間成形用の試料 D には、JFE スチールにおける「温形用クリーンミックス」の標準配合の潤滑剤混合物 KW ワックス⁵⁾を添加した。ステアリン酸亜鉛の添加量が少ない試料 C は、成形体を抜き出す際に、成形体-金型間での摩擦による金型の損傷が予想されたため、複数回の成形を避け、圧密挙動解析における比較に限定して使用した。鉄粉、銅粉、黒鉛粉、および各種潤滑剤の混合では、試料 A および D につい

Table 1 Contents of lubricants added to premixed iron powders of JIP304A + 2.0 mass% Cu + 0.8 mass% C + 0.4-0.8 mass% lubricant

Sample	Lubricant	Content of lubricant (mass%)	Mixing process
A	HDX	0.4	JFE Steel's segregation free treatment
B	Zinc stearate	0.8	Conventional mixing with V-shaped mixer
C	Zinc stearate	0.4	Conventional mixing with V-shaped mixer
D	KW wax	0.6	JFE Steel's segregation free treatment

ては、JFE スチール製 JIP クリーンミックス製造用の偏析防止処理を行い、試料 B および C では、偏析防止処理を行わず、V 型混合機による 15 分間の混合(単純混合)とした。

2.2 成形および焼結条件

成形には、ヒーターを内蔵した超硬製の、圧粉体密度試験片成形型(内径 11 mm タブレット)、抗折試験片成形型(10 mm × 35 mm)、シャルピー衝撃試験片成形型(10 mm × 55 mm)、寸法変化率試験片成形型(リング形: 外径 38 mm, 内径 25 mm)、引張強さ試験片成形型(JPMA M 04-1992)の 5 種類の金型を用いた。それぞれ所定の温度(60°C または 130°C)に調整された金型内に鉄粉を充填した後、490, 588 および 686 MPa で加圧成形を行った。金型温度 60°C は、量産成形時に金型と鉄粉の繰り返し摩擦によって定常状態に達した金型温度を想定したもので、鉄粉は加熱せずに常温のまま充填した。一方、金型温度 130°C は、一般的な温間成形温度であり、鉄粉も 130°C に加熱した。成形条件の詳細は **Table 2** に併記する。

機械的強度試験用の成形体は、RX ガス中で 1 130°C、20 min 焼結を行い、各種試験に供した。

2.3 評価方法

流動度と見掛密度は、それぞれ JIS Z 2502 および、JIS Z 2504 に基づいて測定した。

圧粉体密度は、外形 11 mm タブレットの重量および体積から、抜出圧力は、外形 11 mm タブレットを型から抜き出す際の抜出荷重と、成形体の側面積からそれぞれ算出した。

圧粉体の抗折力は、上記抗折試験片成形型で成形した厚さ 3 mm の圧粉体について、3 点曲げ試験を行い測定した。

焼結時の寸法収縮率は、焼結後の外径 38 mm, 内径 25 mm のリング成形体の外径の実寸法と成形金型の寸法の差より算出した。焼結体の機械的強度としては、前記の形状の各種試験片を用いて、シャルピー衝撃値、引張強さ、ロックウェル硬さを評価した。

2.4 加圧成形における圧密挙動解析

加圧成形における圧密挙動は、試料 A, B, C, および D について調査した。加圧成形は、超硬製の幅 10 mm, 長さ 55 mm シャルピー試験片成形用ダイと 500 kN 精密万能試験機((株)島津製作所製 UH-500 kN)を用いて以下の手順

Table 2 Compressing conditions for samples A, B, and D

Sample	Compacting condition		
	Maximum pressure (MPa)	Die temperature (°C)	Powder temperature (°C)
A	490	60	25
B	588	60	25
D	686	130	130

で行った。試料 A, B, および C は, 60°C に温度制御されたダイスに加熱せず常温のまま充填し, 温間成形用の試料 D は, あらかじめ 130°C に予熱した後, 130°C のダイスに充填した。充填量は, いずれの試料も 40 g とした。加圧成形は, クロスヘッド速度 3.34×10^{-4} m/s 一定の条件で行い, 最大成形圧力は約 686 MPa とした。各圧力 P での上パンチの変位量 $L(P)$ を計測し, 加圧中の圧粉体の断面積 A は, 成形前のキャビティ断面積 A に等しいと仮定して, (1) 式によって圧粉体の体積減少量 $\Delta V(P)$ を求めた。また, 成形終了時の圧粉体高さ H をマイクロメータにより計測し, (2) 式によって各成形圧力での圧粉体体積 $V(P)$ を算出した。

$$\Delta V(P) = A \cdot L(P) \dots\dots\dots (1)$$

$$V(P) = \{\Delta V(P_i) - \Delta V(P)\} + A \cdot H \dots\dots\dots (2)$$

ここで, P_i は, 最大加圧力を示す。さらに, $V(P)$, および真密度を有する試料体積 $V(\infty)$ を用いて, $\varepsilon(P)$ は, (3) 式により算出した。

$$\varepsilon(P) = \{V(P) - V(\infty)\} / V(P) \dots\dots\dots (3)$$

温間成形における圧密化過程は, Cooper および Eaton のモデル^{6,7)} の改良により, (4) 式で表わされることを先に報告した^{8,9)}。

$$\{\varepsilon(0) + \varepsilon(P)\} / \varepsilon(0) = a \exp(-b/P) + A \exp(-B/P) \dots\dots\dots (4)$$

$$C_\varepsilon(P) = C_{\varepsilon,1}(P) + C_{\varepsilon,2}(P) \dots\dots\dots (5)$$

ここで, a, b, A , および $B (> b)$ は定数であり, 第 1 項 $C_{\varepsilon,1}(P)$ が粒子再配列, 第 2 項 $C_{\varepsilon,2}(P)$ が塑性変形の寄与に対応する圧密と考えることができる。左辺 $C_\varepsilon(P)$ を空隙率減少度と呼ぶことにする。定数 a, b, A , および B は, 実験値を (4) 式に代入し, 非線形の最小二乗法により算出した。定数 a および A の比較により, 圧密化過程における粒子の再配列および塑性変形の寄与率を推定した。

3. 結果

3.1 粉体特性

Fig. 2 および 3 に, 試料 A, B および D の常温での見掛け密度, および流動度をそれぞれ示す。試料 A は, ステアリン酸亜鉛を単純混合した試料 B と同等の見掛け密度で, 流動性は B よりも良好であった。温間成形用の試料 D は, 見掛け密度が高く, 金型への充填性を改良した KW ワックスの効果と考えられる⁵⁾。

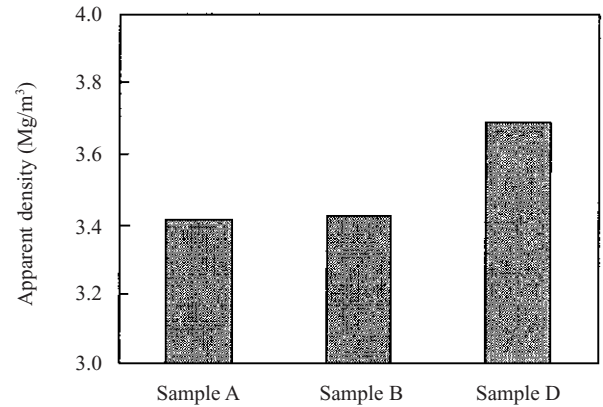


Fig. 2 Apparent densities of powder samples A, B, and D

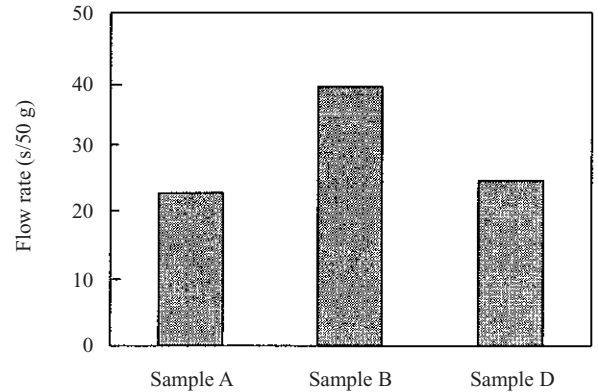


Fig. 3 Flow rates of powder samples A, B, and D

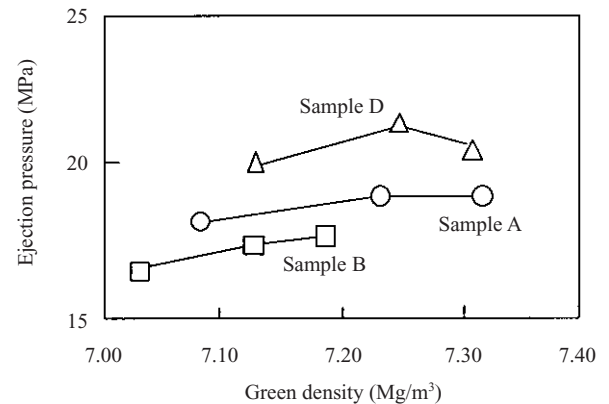


Fig. 4 Green densities vs. ejection pressure for samples A, B, and D

Fig. 4 は, 外径 11 mm のタブレット型成形体の圧粉体密度と吐出圧力の関係を示す。試料 A は, 試料 B よりも高密度で, 温間成形材の試料 D と同等の密度となった。一方, 吐出圧力は, 試料 D よりも全体に低く, 潤滑剤 HDX の金型潤滑効果によるものと推定される。

3.2 圧粉体の強さ

圧粉体の密度と 3 点曲げ強さの関係を Fig. 5 に示す。圧粉体では, 粉末の塑性変形が進むほど, 粒子同士の圧着が強固となり, 一般に圧粉体の強度が高い。試料 A は, 金型 60°C の成形で, 温間成形材と同等の圧粉体強度が得られ

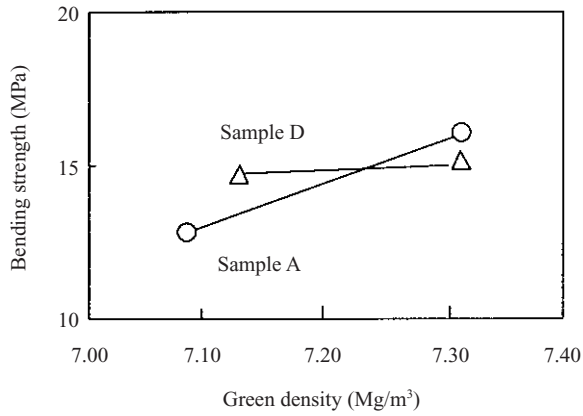


Fig. 5 Bending strengths of green compacts vs. green densities for samples A and D

Table 3 Mechanical properties of as-sintered samples A, B, and D sintered at 1 130°C for 60 min in RX gas

Sample	Sintered density (Mg/m ³)	Dimensional change (%)	Tensile strength (MPa)	Impact value (J/cm ²)	HRB
A	7.31	0.25	650	26	83
B	7.19	0.22	580	17	80
D	7.30	0.25	640	27	78

た。このことより、試料 A では、粉末の加熱を行わなかったにもかかわらず、加熱により粒子の塑性変形能が増大するとされる温間成形¹⁰と同等程度に粉体の塑性変形が進行したと思われる。

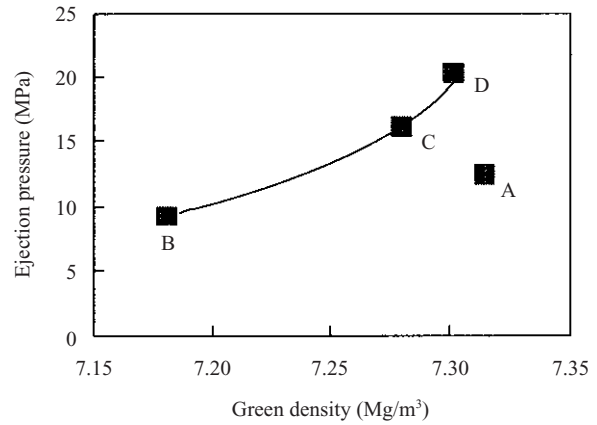
3.3 焼結体特性

Table 3 に 686 MPa で成形後、焼結した各試料の機械的強度を示す。試料 A は、温間成形した試料 D と同等の焼結密度、引張強さおよび衝撃値を示した。両試料とも、常温用の従来試料 B に比較して、高密度でかつ高強度であり、密度の向上により、焼結体強度が改善されたものと解釈できる。一方、焼結時の寸法変化率は、試料 B よりも若干大きく膨張傾向となった。

4. 考察 - 加圧成形時の圧密機構

Fig. 6 は、試料 A, B, C および試料 D の最大成形圧力 686 MPa で成形した圧粉体の密度および抜出圧力の関係を示す。圧粉体密度は、試料 A, D, C, B の順に高く、金型温度 60°C で成形した A は、温間成形を行った D 以上の値となった。従来材の B, C および D は、密度の増加とともに抜出圧力が增大したが、A ではこの傾向は見られず、低い抜出圧力であった。この結果より、潤滑剤 HDX は、従来の潤滑剤と比較して金型と圧粉体との間の摩擦低減に極めて有効であることが確認された。

Fig. 7 に空隙率減少度 $C_e(P)$ の実験値と、(2)式を用いて得られた実験式から算出された $C_e(P)$ と成形圧力 P の関係



Samples A, B and C were charged into a die at 60°C without pre-heating, and sample D was pre-heated at 130°C and charged into a die controlled at 130°C.

Fig. 6 Ejection pressures vs. green densities

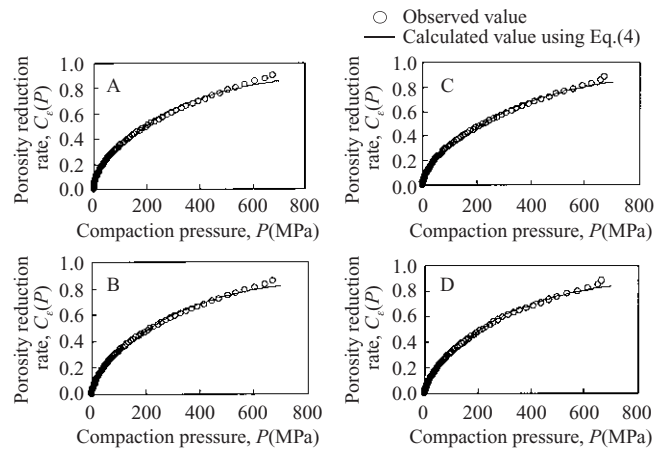


Fig. 7 Porosity reduction rate vs. compacting pressure for unheated samples A, B, and C pressed in a die at 60°C and sample D warm-compacted at 130°C

Table 4 Coefficients in Eq.(4) obtained by non-linear least square method

Sample	1st term		2nd term		Correlation coefficient: r
	a	b	A	B	
A	0.295 8	11.37	0.817 4	255.9	0.995 6
B	0.308 4	16.10	0.776 1	278.0	0.997 5
C	0.318 3	18.02	0.823 2	309.8	0.997 4
D	0.312 5	19.26	0.801 5	280.4	0.997 9

を示す。また、各実験式中の定数項の値と、相関係数 r の値を Table 4 に示す。計算値と実験式はよく一致し、 r はほぼ 1 に近い値となった。

Fig. 8 は、成形開始時の粉体密度の実測値 D_i 、計算式より、得られた係数 a から求められる粒子再配列による密度の増分 ΔD_1 、および圧粉体密度から、 D_i と ΔD_1 を差し引いた、塑性変形による密度の増分 ΔD_2 を示す。

同一の潤滑剤を用いたが、添加量が異なる試料 B および C を比較すると、添加量の少ない C では、 ΔD_1 が高く、粒

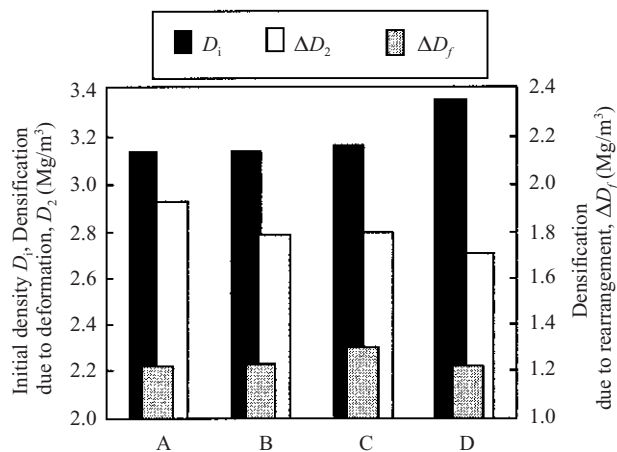


Fig.8 Initial densities of mixed powders filled in a die cavity before pressing D_1 , incremental densities due to rearrangement of particles ΔD_1 and those due to deformation of particles ΔD_2

子再配列が促進されたことが分かる。粒子間の潤滑剤粒子は、加圧初期の粒子の動きには障害となり、粒子再配列を阻害するものと推測される。

潤滑剤添加量を 0.4 mass% まで低減した試料 A および C では、新潤滑剤 HDX を添加した試料 A において、塑性変形による密度の増加が顕著であった。さらに注目すべきことは、温間成形を行った試料 D よりも、試料 A の塑性変形による密度の増加分が高いことである。Fig. 6 において、試料 A に添加した潤滑剤 HDX は、圧粉体の脱型時に、金型と圧粉体との摩擦力を顕著に低下させることが確認された。このことより、加圧成形過程においても同様に、金型壁面での潤滑効果が高いものと推測され、加圧成形時における金型との摩擦による圧力損失が低減され、粉体間に効率よく成形圧力が伝播するため、粉末を加熱しなくても塑性変形が促進されたものと考えられる。

5. 結言

少ない添加量で潤滑性を発揮する新規潤滑剤 HDX を採用し、以下の特徴を有する常温高密度成形用クリーンミックスを開発した。

- (1) 潤滑剤 HDX の添加量を 0.4 mass% まで低減することにより、量産成形時の金型温度(60°C)で、鉄粉の予備加熱なしに粉末を充填後、成形し、温間成形材と同等の密度 7.30 Mg/m³ の高密度の圧粉体を得ることができる。
- (2) 常温高密度成形によって得られた圧粉体の強度、焼結体の機械的強度は、温間成形材と同等で、高密度化による高強度化が実現する。

常温高密度成形用クリーンミックス成形時の圧密挙動解析から、以下のような新規潤滑剤 HDX の特徴が判明した。

- (1) HDX は、潤滑性能の高い潤滑剤であり、鉄粉への添加量を低減することが可能である。鉄粉粒子間で粒子の動きを阻害する潤滑剤粒子数を低減できるため、加圧初期の鉄粉粒子の再配列が促進する。
- (2) HDX は、金型壁面での顕著な潤滑効果により、加圧成形時の金型壁面への圧力損失が低減される。このため、加熱なしでも鉄粉粒子の塑性変形が促進され、圧粉体の圧密化がより進行する。

参考文献

- 1) Antes, H. W. Processing and properties of powder forging. From Powder Metallurgy for High-Performance Applications. Burke J. J.; Weiss V. (eds.), Syracuse, NY, Syracuse University Press, 1972, p. 171-210.
- 2) Luk, S. H.; Rutz, H. G.; Lutz, M. "A new method for manufacturing high performance powder metallurgy components." Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, 1994, MPIF. Princeton (USA), part 5, 1994, p. 135.
- 3) Rutz, H. G.; Hanejko, F. G. "High density processing of high performance ferrous materials." Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, 1994, MPIF. Princeton (USA), part 5, p. 117.
- 4) Luk, S. H.; Chan, F. Y.; Kuzmic, V. "Higher strength and improved density by conventional compaction." Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, 1998, MPIF. Las Vegas (USA), part 3, p. 11-81.
- 5) 尾崎由紀子, 上ノ菌聡, 高城重彰. "耐熱性潤滑剤を添加した偏析防止粉の温間での圧密機構と焼結体特性". 粉体粉末冶金協会平成 11 年度春季大会講演予稿集. 1999, p. 92.
- 6) Cooper, A. R.; Eaton, L. E. Compaction Behavior of Several Ceramic Powders. J. Amer. Ceram. Soc. vol. 45, 1962, p. 97.
- 7) 橋本等, 渡辺龍三, 井裕弘. "アトマイズ低合金鋼粉の圧縮成形". 日本鉄鋼協会創形創質工学会粉体工学フォーラムテキスト, 1996, p. 39.
- 8) 尾崎由紀子, 上ノ菌聡, 小倉邦明. 金型中での加圧成形時の鉄粉の圧密挙動. 材料とプロセス. vol. 10, 1997, p. 1066.
- 9) Ozaki, Y.; Uenosono, S.; Ogura, K. "An analysis of the compaction behaviors of iron powder." Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials. 1999, MPIF. Vancouver (CAN), part 2, p. 109.
- 10) Rutz, H. G.; Luk, S. H.; Cimino, T. M. "A novel method for high performance ferrous P/M materials". Proc. International Cong. and Exposition. Detroit, Michigan (USA), 1996, SAE. p. 960379.



尾崎由紀子



尾野 友重



宇波 繁