研 究

鉄基粉の高温圧縮成形の研究*

——密度、機械的性質と成形条件の関係——

浅 枝 敏 夫** 吉 川 昌 範** 神 崎 修 三**

Studies on Hot Pressing of Iron Based Compacts

——On the Relation between Hot Pressing Conditions and Densities——

Toshio ASAEDA, Masanori YOSHIKAWA, Syuzo KANZAKI

In order to get the fundamental data about the hot pressing method of the iron powders, it has been investigated that how the pressing conditions influence on the density and the mechanical properties of the compacts. The results are as follows. The density does not always increase with the increase of the heat temperature when the pressing begins after the powders get the prescribed temperature. The density is maximum at 850°C in case of 250, 500, 750 kg/cm² and at 950°C in case of 1000 kg/cm². The compacts hot-pressed for 10 minutes at 1250°C under 750 kg/cm² indicate a density ratio of more than 99.9%, a tensile strength of 35.2 kg/mm² and an elongation of 30.2%.

1. ま え が き

従来より粉末冶金法では常温で金属粉を圧縮成形し、その粉末の融点以下の温度で加熱することによって焼結体を作製する方法が行われている。しかし、最近この方法では得られない高密度で、かつ高強度の焼結体が要求されるようになり、再圧縮再加熱法、焼結鍛造法、高温圧縮成形法が研究されるようになってきた。このうち、高温圧縮成形法は加熱と同時に加圧を行う方法であり、高温時の粉末移動が容易に行われるので比較的低い圧力で高密度の焼結体が得られること、また焼結が短時間で進行するので結晶の成長を抑制できることなどの利点がある。このような高温圧縮成形法については従来セラミック分野では多くの研究が行われている。例えば金属炭化物については Ramqvist¹⁾ の、セラミック工具については大石ら²⁾ の研究があり、タングステンについては大沢ら³⁾ の研究がある。しかし、機械部品として適用範囲の広い鉄粉についての研究は見あたらない。

本研究は鉄粉の高温圧縮成形についての基礎資料を得る目的で、成形体の密度および機械的性質に及ぼす成形条件の影響について吟味したものである。

2. 実 験 方 法

実験に使用した鉄粉は東邦亜鉛製の粒度 #200~#250 の電解粉であり、その断面顕微鏡写真を図1に示す。電

解鉄粉の内部には微細な空孔はわずかに見られるが大きな空孔は存在しないことがわかる。この粉末を選定した理由は、高温圧縮成形法は加熱時間が短いために粉末内部に大きな空孔が存在するとその充満ガスを成形体の表皮部を通過して焼結体外へ放出することが困難であることによる。

図2に、実験装置本体の構造を示す。粉末は押型内で加熱と同時に加圧される。押型は外径 10 mm、長さ 30 mm の円柱形試料を圧縮成形することができるもので、押型ダイスは外周を SUS 316 L 製のリングで補強した日本カーボン製 SEG 6 の黒鉛からなり、押型ポンチは S 816 のコバルト合金からなる。粉末および押型材の高温での酸化を防止するために、炉内を水素ガスふん囲気になるように SUS 316 L 製の気密フードを押型を囲んで設けた。

鉄粉は押型内で昇温速度 14°C/min で加熱され、所定温度に達した後加圧され、温度および圧力を所定時間保持された後、除圧炉冷される。図3に、加熱温度 850°C、

図1 使用鉄粉の断面写真 (×240)

* 原稿受付 昭和49年12月9日。昭和49年度精機学会春季大会学術講演会(昭和49年4月6日)にて発表。

** 正 会 員 東京工業大学(東京都目黒区大岡山2-12-1)

1: 成形体, 2: 黒鉛型, 3: ポンチ, 4: 補強リング, 5: 気密フード, 6: H_2 ガス導入管, 7: H_2 ガス排出管, 8: 発熱体, 9: 断熱材, 10: 熱電対, 11: プレス板

図2 実験装置本体の構造

図3 加熱と加圧との関係

表1 試料作成条件

加 圧 力	250, 500, 750, 1000 kg/cm ²
加熱温度	550~1150°C
加圧時間	3.3, 10, 30 min

加圧時間 10 min, 加圧力 500 kg/cm² の場合の加熱と加圧との関係を示す。成形体試料の寸法は 10φ×10 mm および 10φ×30 mm の 2 種類で, 前者によって密度測定および顕微鏡観察を行い, 後者によって引張強さおよび伸びを測定し, 旋削実験もあわせて行った。表 1 に, 本実験で採用した試料作成条件を示す。

高温圧縮成形体の密度, 顕微鏡組織, 引張強さ, 伸びおよび旋削切りくずが加熱時間, 加熱温度および加圧力によってどのように異なるかについて吟味し, 次いでそれらの関連について検討した。密度は表層部厚さ 0.5mm を旋削によって除去した試料について, 重量を直示天びんで, 長さをマイクロメータで測定することによって求

図4 引張試験片の寸法

めた。密度比は鉄粉の素材が純鉄と仮定しその密度 7.86 g/cm³ を真密度として求めた。顕微鏡組織は試料中央部の軸断面および軸直角断面について観察した。引張強さおよび伸びは図 4 に示す形状に旋削した試験片によって測定した。旋削実験は削り速度 25 m/min, 送り 0.056 mm/rev, 切込み 0.2 mm および高速度工具鋼バイト (刃先角 90°, 刃先丸み半径 0.5 mm, すくい角 45°, 逃げ角 5°) で行った。

3. 実験結果および考察

加圧時間によって密度および顕微鏡組織がどのように変わるかを, 加熱温度 900°C, 加圧力 500 kg/cm² の場合について吟味した。その結果を図 5 および図 6 に示す。密度は加圧時間の増加とともに増加し, その増加割合は時間の増加とともに減少する。顕微鏡組織は加圧時間によって異なり, 加圧時間の増加とともに結晶粒はわずかに大きくなる。以後の実験では加圧時間として 10 min を採用した。

図 7 に, 加熱温度によって密度がどのように変わるかをそれぞれの加圧力の場合について示す。いずれの加熱温度の場合でも加圧力の増加とともに密度は増加する。しかし, 加熱温度の増加とともに密度は必ずしも増加しない。すなわち, 加圧力 1000 kg/cm² では 950°C まで, 加圧力 250, 500, 750 kg/cm² では 850°C まで加熱温度の増加とともに増加するが, それ以上の加熱温度ではいずれの場合でも 1050°C までいったん減少し, それ以上の加熱温度 1150°C で再び増加する。したがって, この温度範囲で密度の最大値を示す加熱温度が存在することになる。また, 密度比は加圧力 1000 kg/cm² の場合 850°C および 900°C で, 加圧力 750 kg/cm² の場合 850°C で 99% 以上となり高密度焼結体が得られる。

いま, 従来より行われている圧縮成形後加熱焼結させる粉末成形法によって得られる密度と比較検討するために加圧力 6~10 t/cm², 焼結温度 1200°C, 焼結時間 30 min で試料を作製した。その密度を図 8 に示す。加圧力の増加とともに密度は増加するが, 加圧力 10 t/cm² の場合でも密度比 95% であり 99% よりはるかに小さい。加圧力を 10 t/cm² 以上にするには従来より使用されてい

図5 密度に及ぼす加圧時間の影響

加熱温度: 900°C, 加圧力: 500 kg/cm²

図6 軸直角断面顕微鏡組織に及ぼす加圧時間の影響 (×200)

図7 密度に及ぼす加熱温度, 加圧力の影響

る押型ではきわめて困難であると言って差しつかえないと考える。

加熱温度の高いほど密度の大きくなることは一般的に考察できることであるが、上述の実験結果に示すように最大値を越えて加熱温度が高くなると密度が小さくなることは特異現象である。この現象を明らかにするためにこれらの試料の顕微鏡組織を観察した。図9に、加圧力 500 kg/cm² の場合の加熱温度 550°C, 850°C (密度最大), 1050°C, 1150°C 試料の腐食前の軸断面写真およびその顕微鏡組織を示す。断面写真で黒色に見えるところは空孔である。550°C 試料ではまだ焼結は十分に進行しておらず、粉末粒子が加圧によって押しつぶれた組織であり、粒子周囲に空孔が多く存在している。850°C 試料では焼結は十分に進行しているが、加圧方向と直角に長い結晶を有する組織であり、全面にわたってごく微細な空孔が見られる。1050°C 試料では 850°C 試料までの方向性を有する組織とは異なって方向性のない組織であり、顕微鏡組織には空孔以外にも黒色に見えところを観察されるので腐食のしやすいところを含んだ組織であることがわかる。また空孔の占める容積は 850°C 試料より多

焼結温度: 1200°C, 焼結時間: 30 min

図8 加圧成形後、加熱焼結させる粉末成形法によって得た成形体の密度

いがその数は多くない。1150°C 試料は腐食しやすいところを多く含んだ組織であり空孔は少ない。以上により、試料の密度と組織に含まれる空孔の占める容積割合および大きさが密接な関係にあることがわかる。また、加熱温度 850°C と 1050°C の範囲内で顕微鏡組織は温度が高くなると方向性を有する組織から方向性のない組織に変わっている。これは鉄の変態点 910°C が 850°C と 1050°C の中間に存在していることに関係しているものと考えられる。

前掲図7によって加圧力の増加とともに密度が増加することは明らかとなったが、その顕微鏡組織が加圧力によってどのように変わるかを観察した。図10に、加熱温度 850°C の場合についての軸断面の顕微鏡組織を示す。250 kg/cm² 試料は黒色に見える空孔が粒界に沿って多く存在しており、焼結が十分に進行しておらず、かつ加圧方向と直角に長い結晶を有する組織である。500 kg/cm² 試料は焼結が十分に進行し、わずかに方向性のある結晶を有する組織であり、結晶粒界とは異なる粉末粒子の境界と見られる線に沿って小さな空孔が点在している。750 kg/cm² および 1000 kg/cm² 試料は焼結が十分に進行し、方向性のない結晶を有する組織であり、500 kg/cm² 試料と同様に粉末粒子の境界と見られる線に沿って小さな空孔が点在している。

図9 断面写真および顕微鏡組織に及ぼす加熱温度の影響 (×50)

図10 顕微鏡組織に及ぼす加圧力の影響 (×200)

加熱温度の増加とともに密度が減少する現象を究明するために、加圧時期を変えて作成した試料の密度を測定した。図11に、加熱温度に対する加圧時期として前述の方法(図中aで示す)、所定温度に達してから炉冷後常温に達するまでの間を継続して加圧する方法(b)、常温から所定温度に達し10 min保持するまでの間を継続して加圧する方法(c)を採用した場合の密度を示す。いずれの加圧方法の場合でも、900°Cまではほぼ等しい密度を示す。それ以上の加熱温度ではb法はa法よりわずかに大きな密度を示すが、1000°C試料で密度減少し、1100°C試料で再び密度増加するというa法と同様の傾向を示す。c法の場合はaおよびb法の場合と異なっ

加圧力: 500 kg/cm², 加圧時間: 10 min

図11 密度に及ぼす加圧方法の影響

図12 bおよびc法で加圧成形した試料の顕微鏡組織 (×200)

加熱温度 1000°C の場合でも 900°C の場合よりわずかに密度増加し、加熱温度の増加とともに増加するという一般的な現象を示している。

これらの試料の顕微鏡組織を図12に示す。b法による顕微鏡組織はそれぞれの加熱温度でa法によるそれとほとんど同じような様相を示している。c法では加熱温度 800°C 試料

でサブパウンダリーが見られ、1000°C および 1100°C 試料ではaおよびb法の場合と異なって黒色に見える空孔の容積割合は少ない。また結晶粒はaおよびb法の場合と比べて著しく大きい。

これらの実験結果より、aおよびb法による試料がそれぞれ 950°C および 1000°C の加熱温度で密度低下することについて考察する。図より、加熱温度が 900°C まではいずれの加圧方法でも密度はほぼ等しいので、加圧後の粉末粒子間の空孔はいずれの加圧方向でも加熱温度が等しい場合には等しいと考えられる。しかし、950°C 以上ではaおよびb法とc法とでは空孔の存在状態が異なっており、加圧後の空孔はaおよびb法では多く、c法では少ない。この相違はaおよびb法が所定温度に達してから加圧が開始されるのに対し、c法では常温から加圧が開始されることによるものと考えられる。すなわち、所定温度に達してから加圧が開始される方法では

図13 応力-ひずみ線図に及ぼす加熱温度の影響

950°C 以上で粉末が塑性流動しやすくなって成形体表皮部が緻密になり、空孔が粉末粒子間から押し出されにくくなるためであり、常温から加圧が開始される方法では常温で粉末が塑性流動しにくいために成形体表皮部はさほど緻密にならずに空孔が粉末粒子間から押し出されやすいためであると考えられる。

次に、加熱温度によって応力-ひずみ線図がどのように変わるかを加圧力 500 kg/cm² および 750 kg/cm² の場合について測定した結果を、図13(a) および (b) に示す。いずれの試料も比例限が存在し、その値はいずれの加圧力の場合も 1050°C, 950°C, 750°C, 850°C 試料の順に大きくなり、密度の大ききの順と等しい。引張強さはいずれの加圧力の場合も 750°C 試料が最も小さく、850°C 試料が最も大きく、850°C 以上の加熱温度では温度の高いほど小さい。伸びは 750°C 試料が著しく小さく、850°C 以上の加熱温度では温度の高いほど必ずしも小さ

加熱温度: 850°C, 加圧時間: 10 min
図 14 応力-ひずみ線図に及ぼす加圧力の影響

加圧力: 500 kg/cm², 加圧時間: 10 min
図 15 切りくず形状に及ぼす加熱温度の影響

くない。以上より、750°C 試料では焼結が十分に進行していないために機械的性質が著しく劣り、また 850°C 以上の試料では機械的性質の良否は密度の大小に密接に関係していることがわかる。

図 14 に、応力-ひずみ線図に及ぼす加圧力の影響を示す。引張強さは 250 kg/cm² 試料が最も小さくて焼結が十分に進行していないことがわかり、500 kg/cm² 以上の試料では焼結が十分に進行しているが、加圧力の大きいほど必ずしも大きくなく 750 kg/cm² 試料が最も大きい。伸びは加圧力の大きいほど大きい。本実験の範囲で

引張強さが最も大きいのは加熱温度 850°C, 加圧力 750 kg/cm², 加圧時間 10 min の場合で 35.2 kg/mm² であり、その伸びは 30.2% であった。

成形体の空孔の存在の有無は密度および機械的性質のほかに、切削切りくずの生成にも影響を与えと考えられるので、加熱温度によって切削切りくずの生成がどのように異なるかを吟味した。図 15 に、加圧力 500 kg/cm², 加圧時間 10 min の場合についての切りくず形状写真を示す。550°C および 650°C 試料では短い粉末状の切りくずが得られ、750°C 試料ではうず巻き状の長い切りくずが得られ、850°C 試料では更に長いうず巻き状の切りくずが得られ、1050°C 試料ではうず巻き状ではあるが非常に短い切りくずが得られ、1150°C 試料では 750°C 試料の場合と類似の切りくずが得られた。これより、切りくず形状は密度の大小と密接な関係にあり、密度の大きい場合にはうず巻き状の長い切りくずとなり、密度の小さい場合には短い粉末状の切りくずとなることがわかる。

4. ま と め

以上の実験結果より次のことがわかった。

- (1) 所定の温度に達してから加圧が開始される本実験の加圧方法では、加熱温度の増加とともに必ずしも密度増加しない。密度が最大値を示す加熱温度は加圧力 250, 500, 750 kg/cm² の場合で 850°C, 1000 kg/cm² の場合で 950°C であった。この加熱温度の増加とともに必ずしも密度増加しない理由は、加圧によって空孔が粉末粒子間から押し出される度合が加熱温度の高いほど必ずしも大きくないためである。
- (2) 密度比が 99.9% 以上の高密度成形体は、加圧力 1000 kg/cm² で加熱温度 850°C および 950°C の場合に、加圧力 750 kg/cm² で加熱温度 850°C の場合に得られた。
- (3) 加熱温度 850°C 以上の試料の機械的性質の良否は、その密度の大小に密接に関係し、引張強さは加熱温度 850°C の場合に最も大きい値が得られた。
- (4) 加熱温度 850°C, 加圧力 750 kg/cm², 加圧時間 10 min の場合に機械的性質の最も優れた成形体を得られ、その引張強さは 35.2 kg/mm², 伸びは 30.2% であった。

文 献

- 1) L. Ramqvist: Hot Pressing of Metallic Carbides, Powder Metallurgy, 9, 17 (1966) 26.
- 2) 大石行理, 浜野義光, 木下 実, 滝沢義孝: ホットプレス法によるセラミック工具の製法, 大阪工試季報, 14, 4 (1963) 313.
- 3) 大沢暢夫, 佐々木洋征: 真空ホットプレスによるタンガスステン粉末の焼結, 粉体および粉末冶金, 16, 3 (1969) 140.