高級特殊鋼への粉末冶金技術の適用と工業化 —押出成形法による高速度工具鋼中空素材の製造と特性—

中 村 秀 樹^{☆1}, 持 田 洋 一^{☆2}

^{☆1} 日立金属㈱安来工場技術部, 〒692 安来市安来町.

^{☆2} 日立金属㈱安来工場冶金研究所, 〒692 安来市安来町.

Production and Characteristics of Sintered Hollow High Speed Tool Steel Bar Blanks by Binder Assisted Powder Extrusion Process

Hideki Nakamura^{☆1} and Yōichi Mochida^{☆2}

^{☆1} Materials & Process Engineering Dept., Yasugi Works. Hitachi Metals Ltd., Yasugi-cho Yasugi 692.

^{☆2} Metallurgical Laboratory, Yasugi Works. Hitachi Metals Ltd., Yasugi-cho Yasugi 692.

Received June 24, 1991

A new production process of sintered hollow high speed tool steel bar blanks by binder-assisted powder extrusion method has been developed. This technology is mainly applied to produce hollow bar blanks for oil hole drills, taps and punches. Further it is applicable to produce highly alloyed solid bar blanks which are not able to be produced by hot forging or rolling. Materials made by this process show virtually full density only by sintering and their microstructures are as fine as gas atomized and HIP processed materials. Mechanical properties of these materials are almost as same as those of gas atomized and HIP processed materials because of their fine microstructures.

The cutting performance of AISI T15 oil hole drills made of the sintered hollow blanks showed approximately 1.5 times better than that of conventionally processed AISI M2 oil hole drill.

The optimum powder characteristics for binder-assisted powder extrusion and properties of sintered blanks by this process are reported.

1 諸 言

近年金属微粉末を利用した金属製品の新しい製造技術として、CIP、HIP等の容器封入成形、MIM（射出成形）、直接圧延等のより最終製品に近い形状（NNS）の成形技術が普及してきた。その対象材質もAl、Ti、Ni、Co基非鉄材料、工具鋼、ステンレス、Fe-Ni材料に広がり、高級材料の素形材

製造プロセスとして粉末冶金が重要視されるようになってきた。これらの中では素材製造プロセスとしてのガスアトマイザーHIP法による粉末ハイスが溶製材と対比して品質的に優れるため、漸次量的にも拡大傾向にあるが、一方ではNNS化へのニーズも強まりつつある。筆者等は窯業やニューセラミックス分野では、比較的常套手段である押出成形を特

殊鋼の素形材製造プロセスとして応用展開することを試みた。すなわち水アトマイズ法による金属微粉末をバインダーと混合混練後押出成形法で棒、板、中空素材形状に成形し、脱バインダー後焼結圧密化する手法である。

本報告ではこれを高速度工具鋼のオイルホールドリル素材（油孔付ドリル素材）に適用した結果について報告する。

2 実験方法

Fig. 1にオイルホールドリル素材の製造プロセスについて示す。具備すべき要素技術としては、(1) 高圧水アトマイズ法による微粉末の製造、(2) 良好な押し出し成形性、ならびに高密度充填を得るための粉末の諸元決定とその製造方法、(3) 成形性と脱バインダー特性を兼ね備したバインダー種類と組成の選定、(4) 混練ならびに押出機の構造の最適化、ならびにスクリュ、ダイス設計、(5) 成形体の脱バインダー方法、(6) 成形体の焼結方法とC含有量の制御方法、(7) 焼結体の所定精度での振転方法と設備開発の7項目である。

実験に供した材料はAISIT15相当の高C高V系高速度工具鋼の水アトマイズ粉末で、水溶性の有機バインダーを用い、真空押出成形機を使用して、押出成形を実施した。当初は粉末粒径と形状の典型的に異なる粉末について、キャピログラフを用いて、せん断速度と粘度、せん断応力の関係を測定し、最適な粉末諸元を決定した。その後当該粉末について、バインダーの種類、組成と流動特性の関係を調べ、バインダーを特定した。

この後は実際の押出成形機で中空素材の押出成形条件の選定を行い、成形体で外径が3~24mmφ、内径0.8~2.0mmφの成形条件を求めた。成形体の脱バインダー条件と方法は、焼結体のC含有量制御との関係でもっとも重要で、雰囲気、ヒートパターンとの条件特定を実施した。焼結体は溶製材、ならびにガスアトマイズHIP法による粉末ハイスとマイクロ組織、機械的性質の比較を行い、さらに実際にオイルホールドリルを製作し、切削性能比較を実施した。本報告ではこれらの要点をとりまとめ報告する。

3 実験結果および考察

3・1 粉末諸元と混練体のレオロジカル特性の関係

Fig. 2に実験に供した形状と粒径が典型的に異なる

Fig. 1 Processing flow chart for oil hole drill hollow bar blanks.

Fig. 2 SEM Images of powders

Fig. 3 Rheology of mixed compounds of B-2 powder.

る8種類の粉末のSEM Image像を示す。縦軸は粒径、横軸は形状変化を示す。また同図中に各粉末の製造法を示した。(A-1)のカーボニル鉄粉を除いて、いずれも水またはガスアトマイズ法による合金粉末である。これらの中で代表的事例として、(B-2)粉末のせん断速度($\dot{\gamma}$: sec^{-1})とせん断応力(τ :Pa)粘度(η : $\text{Pa}\cdot\text{s}$)の関係をFig.3に示した。 $\dot{\gamma}$ と τ 、 η の間には次式の関係が成り立ち、

$$\tau = 1.5 \times 10^7 \dot{\gamma}^{0.066}$$

$$\eta = 1.5 \times 10^7 \dot{\gamma}^{0.066-1}$$

ビンガムタイプの流動特性を有する擬塑性流体であることがわかる。上式中の数値は粉末の諸元よりも、含水率の関数に大きく支配された。Fig.4に 10^{-1}sec のせん断速度の時の各種粉末の含水率と粘度の関係を示す。バインダーの体積比50%の時の粘度の絶対値で成形性を評価すると、粗粒球状粉(A-2) > 粗粒と微粒globular粉末の混合粉末(B-3) > 微粒球状粉末(A-1) > 中粒のglobular粉末(B-2) > 微粒globular粉末(B-1) > フレーキ粉末(D-1) > 不規則形状粉末(C-1, C-2)の順番であった。水アトマイズままの不規則形状粉末はせん断速度にたいするせん断応力、粘度が不規則に変動し、安定な押出成形は不可能と判断された。押出成形体のグリーン密度は粉末のタップ密度が高いほど高値を示し、(A-1)粉末で最高の60%、(C-2)粉末で最低の約50%の値を示した。グリーン強さは乾燥後の(C-2)粉末がもっとも弱く、曲げ強さで、約10MPaであった。成形体のハンドリングにはいずれの粉末も十分な強さを有していた。(データは省略する)

3・2 焼結体のミクロ組織と諸性質

高速度鋼の耐摩耗性、機械的性質他の諸特性は一次炭化物の粒径とその分布がもっとも大きく影響する。ガスアトマイズHIP法によるいわゆる粉末ハイスも超急冷凝固法による微細粉末をその共晶炭化物の晶出温度より約100℃低い温度で固相接合し¹⁾バルク化することで微細組織を得ている。焼結法による場合、共晶炭化物のincipient melting²⁾を利用して¹⁾密化が進むため、焼結中の共晶炭化物の粗大化を防止することが難しい。本研究では焼結後のミクロ組織とC添加量、焼結助剤の種類と添加量、粉末粒径等との関係について予備実験を実施した結果、粉末粒径がもっとも焼結後のミクロ組織微細化に大きな影響を有することを見出した。

Fig.4 Relationship between viscosity and binder volume of various powders. (Viscosity shows the apparent viscosity at the shear rate of 10^1S^{-1})

Fig.5 Density and microstructure of sintered AISI T15

Fig.6 Carbide size distribution of various process

Fig. 5に典型的事例として (B-1) 粉末と (B-3) 粉末の焼結温度と密度、マイクロ組織の関係を示す。

(B-1) 粉末では1220℃で真密度が得られ、1265℃から一次炭化物の粗大化が開始する。これにたいし、(B-3) 粉末は1250℃で真密度に達し、1255℃から粗大化が開始する。M.T.Podob等³⁾によると、プレス成形された焼結ハイスの粉末粒径が微細なほど、真密度に到達する焼結温度が低下するとしており、本研究の押出成形の結果もこれらと一致する。AISIT15組成の本供試材の場合、共晶炭化物の溶融温度は (B-1) 粉末で1276℃、(B-3) 粉末で1260℃と推定され、前者の微細粉末は固相焼結で密化が進行していると判断され、これが微細なマイクロ組織の原因と推定される。

Fig. 6に溶製法、ガスアトマイザーHIP法による材料と焼入れ、焼もどし状態の炭化物粒径分布を比較した結果を示す。微粒粉末を用いた (B-1) 粉末はガスアトマイザーHIP法に匹敵する微細炭化物組織を有することがわかる。

Table 1. にこの粉末を用いて、外径、内径、内孔間の間隔が異なる数種類のオイルホールドリル素材の試作結果を示す。素材ロット間でわずかの差異はあるが、実質的には真密度であり、焼結体の酸素含有量も、原料粉末が数千ppm含有していたにもかかわらず、100ppm以下まで低下している。この値はガスアトマイザーHIP法にはほぼ匹敵する。焼結体の収縮率は16~21%の値でロット間のグリーン密度ならびに測定位置で変動している。外径の収縮率はグリーン密度に相関性があるが、内径と内孔間の間隔収縮率の変動要因ははっきりしていない。現状では形状ファクターと考え、形状サイズ別にあらかじめ収縮率を測定し、製品精度を確保している。

Fig. 7に焼結後1160℃×1000bar×4hrのHIPを付加した材料の5.2φ、9.0φの抗折テスト結果を示した。熱処理条件はAISIT15の標準的熱処理条件である1220℃焼入れ、570℃の1時間の3回の焼もどし処理を実施した。平均の抗折力はそれぞれ4.17、4.14GPa、ワイブル係数は19.1、20.8であった。同図中に溶製材の平均抗折力を示したが、溶製材より平均抗折力で約1.5倍以上の絶対値を有する。またデータは割愛するが、ガスアトマイザーHIP法の同一鋼種と比較してもほぼ同レベルの強さを有するものである。

Fig. 8に外径9.5、内径1.45、内孔間距離4.6、リー

Table 1 Changes of density, oxygen and carbon contents during procedure.

No.	Dies size OD-ID-PICH	Green		Debindered		Sintered		Shrinkage ratio			
		DEN.	C	O	C	O	DEN.	OD.	ID.	PICH	
		(%)	(%)	PPM	(%)	PPM	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
A	12.6-1.8-6.0	58.5	1.98	4500	1.56	52	99.6	18.5	20.8	20.8	
B	12.6-1.8-6.0	58.7	2.13	6400	1.46	80	100	19.7	21.6	18.0	
C	12.6-1.5-5.0	60.9	1.93	4700	1.47	56	100	18.8	16.0	18.5	
D	12.9-1.7-7.0	58.8	2.17	5400	1.65	71	99.5	19.0	18.1	18.6	
E	8.5-1.4-3.6	58.4	2.08	4800	1.58	49	100	19.5	19.0	16.7	
F	8.5-1.4-3.6	60.0	1.86	4600	1.48	42	100	18.7	19.7	15.6

Fig.7 Ultimate bend strength distribution of 5.2mmφ and 8.0mmφ AISI T15 sintered and hipped bar on standard heat treatment conditions.

Fig.8 Comparison of cutting performance of oil hole drill between melt and sintered process. (9.0φ×155×95ℓ)

ド長さ46mmのオイルホールドリルを製作し、従来材と切削性能比較を実施した結果を示す。従来材は削孔した溶製材のビレットにSUS系芯材を充てんし、熱間押出後芯材を除去することによって中空素材が製造されているとされる市販のAISIM 2相当材を用いた。焼結オイルホールドリルはHIP処理後熱間の塑性加工によってリード46mmのねじれを付加したものである。焼結材は従来材対比いづれの被削材についてもすぐれた切削切能を示し、平均的に約1.5倍の切削距離を得た。

この他焼結材の被研削性、熱処理特性についても調査したがいずれもガスアトマイザーHIP法で作成した粉末材と同じレベルの材質特性を有することが判明した。

4 結 論

- (1) 高速度工具鋼の水アトマイズ粉末を粉碎した globular 粉末と有機バインダーの混練体はビンガムタイプの流動特性を有する擬塑性流動体で、せん断応力(τ)とせん断速度($\dot{\gamma}$)の間には $\tau = 1.5 \times 10 \dot{\gamma}^{0.066}$ の関係が得られた。
(τ : Pa, $\dot{\gamma}$: Sec^{-1})
- (2) 高充填密度を有する球状粉末が、成形性とグリーン強度の最適な組合せを示した。
- (3) グリーン密度は約60%程度であるにもかかわらず、焼結体は実質的に真密度を有した。

この時粒子径として 10μ 以下の粉末を使用することにより、共晶温度以下で真密度化し、マイクロ組織もガスアトマイザーHIP法による粉末ハイスに匹敵する微細化度を得ることができた。

- (4) 焼結体の機械的性質はAISIT15相当材のHRC 65.7のレベルで、曲げ破断応力が4.1GPaの値を示し、ワイブル係数は20.8であった。

この値は現行溶製材の約1.5倍の値を有するものである。

オイルホールドリルでの切削テストでも従来材以上の工具寿命を示した。

押出成形法の高級特殊鋼製品への応用として、高速度鋼中空パンチ、鍛造、圧延加工ができないTiN分散焼結工具材ブランク、Fe-Ni軟磁性材料小径パイプ等に適用している。

文 献

- 1) A.Kasak, G.Steven and T.A.Neumeyer : Society of Automotive Engineers Congress. Jan. 1972. 720182
- 2) 高橋, 島本: 粉体および粉末冶金 (1974) 春季講演概要集, P76
- 3) M.T.Pedob, L.K.Woods : Modern development in powder met. vol.13 (1984) Int. Powder. Met. Cong. P1 ~P19