高速度鋼粉末の金型による高圧成形

浅見 淳一^{☆1}, 川原 正言^{☆2}^{☆1} 東京都立工業技術センター金属部, 〒115 北区西が丘3-13-10.^{☆2} 東京都立大学工学部機械工学科, 〒192-03 八王子市南大沢1-1.High Pressure Compacting of High Speed Steel Powder
by Using the Die AssemblyJunichi Asami^{☆1} and Masanori Kawahara^{☆2}^{☆1} Metallurgical Dept., Tokyo Metropolitan Industrial Technology Center, 3-13-10 Nishigaoka Kita-ku, Tokyo 115.^{☆2} Department of Mechanical Engineering, Tokyo Metropolitan University, 1-1 Minamiosawa, Hachioji 192-03.

Received December 12, 1994

Sufficient green strength can be attained for water atomized and annealed high speed steel powder with the M2 grade by use of conventional die pressing. In addition, this obtained green compact can be sintered to the full density by liquid-phase sintering. However, fine control of the sintering temperature is required for this type of eutectic sintering.

The high pressure compaction was tried to improve the sinterability on the solid-phase sintering. The two-step pressing method is applied to the high pressure compacting. High pressure up to 1470MPa can be attained by a special die assembly and apparatus. The sintered density reached to 7.4 g/cm³ with very little shrinkage in dimension by 0.8%. The radial crushing strength of sintered compacts increased in proportion to the compacting pressure.

These benefits in sinterability means that this is a more economic net shaping P/M process for wear-resistant machine parts.

1 緒言

真空焼鈍を丹念に行った水アトマイズ高速度鋼粉末は金型成形が可能でかつ良好であることと、液相焼結により真密度となることを特徴^{1) - 3)}とする。本研究では前者に着目して形状付与および量産性などを考慮し、本来工具素材である本粉末を機械部品等に適用することを目的とした。ここで後者の焼結については素地と炭化物の共晶液相を利用するため、真空雰囲気中、1500K付近の焼結温度で±2Kの温度制御⁴⁾が必要である。さらにこの適正温度は粉末中の炭素量に依存する⁴⁾こ

とから、焼結操作上に困難さがある。そこで真密度を目標とせず固相焼結での特性向上を検討した。すなわち、成形圧力を高めることによる高密度化の可能性を調べた。成形方法としては、通常⁵⁾の2倍以上の成形圧力を使用するため、筆者らがやっている2回成形法^{6) - 8)}を用いた。

2 実験方法

原料粉末は水噴霧し真空焼鈍したSKH51相当の高速度鋼粉末(M2)である。粉末形状はFig. 1に示すように水ア

Table 1 Chemical composition of M2 powder (mass%).

Samp.	C	Cr	Mo	V	W	Fe	O(ppm)
M2	0.93	4.51	4.82	2.02	6.41	Bal.	685

Fig.1 SEM image of M2 powder. 25 μm

トマイズ特有の不規則形状のものと比較的球状の粒子からなっている。今回、鉄系機械部品を想定していることから比較のために純鉄粉(300M)を使用した。これらの特性をTable 1およびTable 2に示す。粒度分布はM2粉および300M粉ともほぼ同じで前者の方が微粉割合が多くなっている程度である。従って、金型への流動性などの取扱い上の問題は無い。

成形方法⁶⁾は、Fig. 2に示すように径の異なる超硬金型を用い、1回目の成形は左の金型でハンドリングが可能な最低圧294MPaで一定とし、軸受形状($\phi 16 \times 8 \text{ mm}$)に予備成形した。この圧粉体を径のわずかに大きい右の金型($\phi 16.4 \times 8 \text{ mm}$)にて本成形した。特に2回目の金型は高圧用に設計したものである。成形圧力の範囲は490~1372MPaで行った。低圧力側では、通常の1回目だけの成形との比較も行った。潤滑はいずれもステアリン酸亜鉛のアセトン分散液を金型に塗布した。M2粉圧粉体の焼結条件はこの粉末の固相域である1473Kを採用し、保持時間3.6ks一定とした。雰囲気は真空 ($1 \times 10^{-3} \text{ Pa}$)で行った。300M粉の場合は、焼結温度1393Kで3.6ks一定で、水素雰囲気中で行った。

3 実験結果および考察

3.1 M2粉の焼結特性

本実験の条件設定のためにM2粉の焼結温度と通常の成形圧力範囲における寸法変化の関係をFig. 3に示す。焼結温度1493Kまでは成形圧力に関係なくほぼ一定で低く、かつ安定しているが、この温度を越えると大きな収縮となる。焼結体としての形状を保持しているのは焼結温度1513K付近が限度であった。ここで成形圧力

Table 2 Particle size distribution (mass%).

Mesh	+100	+150	+200	+250	+350	-350
M2	0	9	19	10	19	43
300M	5	19	26	10	18	22

(a) First-compacting die (b) Second-compacting die

Fig.2 Die assemblies used in two-step press-process.

392MPaのものでは寸法変化が高くでているが、圧粉体密度が低いため、炉中のわずかな温度分布により変形や寸法のばらつきも観察された。この場合、成形圧力784MPaの成形体で最高強度の得られる適正焼結における寸法変化²⁾は5~6%である。このような狭い温度範

Fig.3 Relationship between sintering temperature and dimensional change on various compacting pressures.

(a) 1473K

(b) 1493K

(c) 1503K

10 μm

Fig.4 Microstructure of M2 compacts at 784MPa sintered at various temperature.

囲で大きな寸法変化を持つものでは所定の特性を得るのに困難を伴う。そこで寸法変化の十分安定な固相域の焼結温度1473Kを選んだ。成形圧力784MPaにおいて焼結温度を変化させた場合の組織を走査型電子顕微鏡（反射電子像）で観察し、Fig.4に示す。焼結温度1473Kの組織(a)は非常に微細な炭化物（白色部）が均一分散している。また気孔（黒色部）は存在しているが比較的球状であることから、固相焼結でも焼結性の良好な粉末であることが分かる。組織(b)では液相発生温度直上のものと考えられ気孔はほとんど消滅しているが、ここに示すように一部に気孔の存在が認められ、高速度鋼のように硬質な材料では欠陥として強く強度に影響を及ぼす。さらに粒内の炭化物の減少と粒界における粗大炭化物の析出がすでに認められる。組織(c)においては、この傾向がさらに進み、粒界における板状炭化物の析出および結晶粒の粗大化が観察できる。ここ

でも組織の右上に収縮孔のような気孔も認められる。ここでは組織(a)のような原料粉末に近い組織で気孔を小さく均一分散させるため高压成形を行った。

3. 2 2回成形における成形特性

高压成形を行う場合、金型への負担を少なくするためにFig.2(b)のような金型を用いた。金型強度は超硬部にテーパをつけ、さらに焼締め量を増やす等の対策を施した。ここで、高压成形における成形粉末と金型との焼付⁹⁾については、圧粉体の金型からの抜出力を目安とした。また、この対策としては2回成形用の金型高さを最終圧粉体高さにかなり近づけられ、圧粉体抜出しの際の摺動距離を短縮できる。そこで、焼付状態が比較的明瞭となる純鉄粉を比較として抜出力と成形圧力の関係をFig.5に示す。まず、300M粉における1回成形と2回成形について、前者では成形圧力に対して比例的に抜出力の増加がある。成形圧力686MPa付近で、後述するような焼付が認められこれ以上の成形は中断した。後者においては成形圧力882MPa（抜出力16MPa）まで、1回成形より緩やかな傾きで増加し、成形圧力980MPaにおいて1回成形の焼付状態と同じレベルまで急激に増加し、さらに高い成形圧力1176MPaにおいて、抜出力は飽和している。従って、300M粉では抜出力26MPa付近が最高値で、これ以上は焼付き部がせん断して抜き出されるもの¹⁰⁾と考える。2回成形では成形圧力882MPa付近で明かな抜出力の変化が認められる。1回成形では抜出力の増加が急なために現れなかったものとする。M2粉では両成形方法において、成形圧力の増加に対してほぼ同じ割合で抜出力の増加があり、いずれも300M粉のような焼付状態は高压側においても認めらず、高压成形において良好な圧粉体を得易い粉末²⁾である。同じ成形圧では抜出力が2~3MPa程度、2回成形の方が小さく、同レベルの抜出力では、成形圧力に100MPa程度の差がある。

Fig.5 Effect of compacting pressure on ejection stress of 300M and M2 powder.

(a) Die side, 1st Comp.:686MPa, 300M

(b) Core side, 1st Comp.:686MPa, 300M

(c) Die side, 2nd Comp.:784MPa, 300M

(d) Die side, 2nd Comp.:1470MPa, M2

Fig.6 Side surfaces of green compacts of 300M and M2 on various compacting pressures. 25 μ m

Fig.7 Effect of compacting pressure on green density of 300M and M2 powder.

Fig. 6に圧粉体の金型との摺動面およびコアと接した面のSEM像を示す。300M粉の1回成形における圧力686 MPaの圧粉体表面 (a)ではほぼ全面に焼付痕⁹⁾が激しく、気孔も非常に少ない。同一圧粉体のコアに接する表面 (b)は抜出しの際に圧力下での摺動を受けないので粉末形状が明確に認められる。このことから1回成形に用いた金型のように抜出し時の摺動距離が長くなると粉末と金型との焼付を起こし易くなることが示唆される。これと比較して、2回成形における圧力784MPaの場合の金型と接する圧粉体表面 (c)は成形圧力が高いにもかかわらず良好な面をしている。これは2回成形における金型潤滑が2回となった影響と考えられる。

同様にM2粉における成形圧力1470MPaの場合の金型壁に接する面のSEM像 (d)は元の粒子が明確であり、メタルフローも少なく、気孔部には高压成形により生じた細かい金属粉および潤滑剤が認められる。このようにM2粉は高压成形においても焼付難いことから、さらに高压の成形の可能性もある。

Fig.8 Effect of compacting pressure on radial crushing strength of green compacts.

(a) 10 μm

(b) 5 μm

Fig.9 Fracture surface of M2 green compacts at 2nd compacting pressure of 1470MPa.

Fig.10 Effect of compacting pressure on dimensional change of 300M and M2 powder.

3. 3 高圧成形における圧粉体特性

両粉末の成形圧を上げた場合の圧粉体密度をFig. 7に示す。いずれも成形方法による密度の差は認められず、両粉末とも高圧成形側で飽和傾向が現れているが、密度上昇が得られている。2回成形において、300M粉およびM2粉ではそれぞれ圧粉体密度 7.54 g/cm^3 (成形圧力: 1176 MPa)、 7.27 g/cm^3 (成形圧力: 1470 MPa) を得た。

次に圧粉体の圧環強度と成形圧力の関係(Fig. 8)は圧粉密度とほぼ同様の傾向が認められる。しかし、300M粉の高圧成形側において密度では飽和傾向が見られたが、圧粉体強度では成形圧力に対して直線的に上昇している。M2粉においても同じ勾配で強度上昇が見られる。

圧環強度試験後の圧粉体破面をFig. 9に示す。M2粉の成形圧力 1470 MPa の場合で、(a)においては左側の大きな粒子に比較的大きな面積の圧着痕が見られ、中央の小さな粒子においても大きな変形応力を受けているのが伺える。中央上部の粒子には緻密化に伴う滑り痕が見られる。また、これら圧着痕もM2粉末に微細均一分散した炭化物の影響で粒子表面が平滑でなく機械的な絡み合いにより圧粉体の強度向上に有効と考えられる。さらに拡大した破面 (b) を観察すると、右側粒子表面に亀裂が認められ、高圧成形では粒子の変形が粒子の破壊をもたらした。これらの変形にともない粒子間に“ずれ”が生じ、その滑り痕と思われるものが左側粒

Fig.11 Effect of compacting pressure on radial crushing strength of M2 sintered compact.

子の上部に観察される。このように、わずかな粒子間のずれにより粒子同士の圧着の程度が向上し、圧粉体強度が密度上昇が鈍ったにもかかわらず増加したものと考えられる。

3. 4 M2 粉の固相焼結

各成形体をそれぞれの粉末の焼結条件で焼結した場合の寸法変化をFig. 10に示す。300M成形体については0.2%位の寸法収縮でほぼ一定の値を示し、高压側で圧粉体密度が高い分わずかに減少している。M2成形体においては成形圧力の増加にともないわずかに収縮が大きくなっているが、0.7%付近で安定している。このようにM2粉は300M粉より、固相焼結においても焼結性が良好である。また、Fig. 3に示した液相焼結による適正条件の寸法変化の1/7程度で、通常の鉄系機械部品のFe-2.5%Cuの寸法変化¹¹⁾ 0.8%に匹敵し、十分な寸法精度が得られる。

次にM2粉の焼結体の圧環強度⁷⁾については成形圧力とほとんど比例して増加し、成形圧力1470MPaにおいて圧環強度1687MPaが得られた。このように圧粉体密度と成形圧の関係(Fig. 7)と異なり、直線的に強度が上昇していることから、さらに高压成形による強度の向上の可能性が考えられる。ここで Fig. 11 に2回目の成形圧力 1372MPa の場合の焼結体の破面の走査電子顕微鏡観察結果を示す。破断面は元の粉末の細かい炭化物の分散状態が保持され、粗大な気孔も無く、形状もかなり球状化しているのが分かる。

4 結言

水アトマイズ高速度鋼粉末の利用するにあたり、金型成形性は良好であることに着目し機械部品等への応用を前提とした。しかし、焼結の際に液相焼結を利用すると焼結温度に敏感で特性ばらつきが大きく、さら

に寸法精度が悪い焼結操作上の問題点がある。その解決方法として固相焼結を前提として高密度化の可能性を検討した。得られた結果を要約すると以下のようである。

1) 鉄系焼結材料で用いられる成形圧力500MPaの3倍まで高めるため、2回成形を行った。この方法において300M粉では金型と圧粉体の潤滑状態の改善が顕著であり、M2粉でも成形圧力1470MPaで良好な圧粉体を得ることが可能となった。

2) このような高压成形により、M2粉は300M粉より圧粉体密度の上昇率が高く、 7.27g/cm^3 が得られた。

3) M2粉は硬質粉末にもかかわらず、300M粉の成形圧力の約300MPa上のもので同等の圧粉体強度を示した。さらに高压成形側まで成形圧に比例して強度の向上が得られ、複雑形状などにも適応可能と考えられる。

4) 固相焼結による寸法変化は、成形圧力によらずほぼ一定の値で液相焼結の場合の1/7以下であり、寸法精度の向上が期待できる。

5) 焼結体強度は圧粉体密度が多少飽和傾向にあるにもかかわらず直線的に向上している。このことはさらに高压成形による特性向上を示唆している。このように成形圧力で焼結特性を制御できることにより、焼結操作は非常に容易となった。

文献

- 1) P. R. Brewin, D. K. Banbury: Metal Powder Report, Sept. (1983)497.
- 2) R. Wahling, P. Beiss, W. J. Huppmann: powder Metall 29(1986)53.
- 3) M. Igharo, J. V. Wood: Powder Metall., 33(1990)315
- 4) P. Maulik, W. J. C. Price: Powder Metall., 30(1987) 240.
- 5) 日本鉄鋼協会編: 第3版鉄鋼便覧, 丸善, (1982)529.
- 6) J. Asami, N. Hirose: Proceedings of 1993 Powder Metallurgy World Congress, (1993)875.
- 7) J. Asami, T. Aizawa: Proceedings of 1994 Powder Metallurgy World Congress, (1994)949.
- 8) 浅見, 川原: 粉体および粉末冶金, 41(1994)139!
- 9) G. Bockstiegel, O. Svensson: Powder Metall., 12 (1969)316.
- 10) K. S. Baird, J. D. Williams: Powder Metall., 30 (1987)281.
- 11) 日本粉末冶金工業会編: 焼結機械部品, 技術書院 (1987)97.