研 究

誘導焼結法による炭素鋼の急速焼結技術の開発

中村 満^{☆1}, 千田 法明^{☆2}, 大場 毅^{☆3}, 菅谷 好美^{☆3}^{☆1}岩手大学工学部, 〒020-8551 盛岡市上田 4-3-5. ^{☆2}岩手大学大学院, 〒020-8551 盛岡市上田 4-3-5.^{☆3}日立粉末冶金(株), 〒271-2295 松戸市稔台 520.

Development of Rapid Sintering Technique on Carbon Steels by the Induction Heating Method

Mitsuru Nakamura^{☆1}, Noriaki Chida^{☆2}, Takeshi Ohba^{☆3} and Yoshimi Sugaya^{☆3}^{☆1}Fac. Eng., Iwate University, 4-3-5 Ueda, Morioka 020-8551. ^{☆2}Graduate Student, Iwate University, 4-3-5 Ueda, Morioka 020-8551.^{☆3}Hitachi Powdered Metals Co., Ltd., 520 Minoridai, Matsudo 271-2295.

Received January 11, 1999

SYNOPSIS

From the purpose of rapid sintering technique within a few minutes, this study was used the green compact of die assembly's lubricant method. Specimen were composited 0.8mass%C-1.5mass%Cu-bal. Fe powders, and used to the high frequency induction heating instrument. By the rapid sintering method, there is very important factor both the removal of adsorbed gas in powder grain surface and accompanied by the diffusion and sintering of each powder. As a result, the isothermal treatment (1223K-90s) when the sintering process in this experiment was a key technology treatment. That is to say, this new sintering method obtained more radial crushing strength values than that of the conventional furnace process. This method was finished to sinter only 3 minutes, and it's condition was maximum heating time-30s, sintering condition 1523K-60s and isothermal treatment-90s holding only.

KEY WORDS

rapid sintering technique, induction heating method, isothermal treatment, radial crushing strength, release of adsorbed gas

1 緒 言

近年, 種々の工業分野において製造工程の短縮, 高速化及び自動化が進められており, 省力化と無人化が急速に浸透してきている。一方, 焼結機械部品の製造過程の中では焼結工程が最も時間と工費を要し, 工程の短縮化と高速化は他の分野のみならず, その前後の工程と比較しても著しく遅れている感がある。例えば一般的なメッシュベルト式連続炉では3.5~4.0kWh/kgといわれており, さらに雰囲気制御のための不活性ガスは0.5~1m³/kgと大量に導入されており, これも経済的に大きな負担である。

焼結を短時間でを行う方法としては, 現在通電焼結や放電焼結 (SPS) が一部の焼結しにくい材料に適用^{1,2)}されているが, これは特殊用途に限られ一般の鉄系や銅系の焼結機械部品への応用例はほとんど報告がない。これは, つまりこれらの方法では現有の生産性と経済性の面で, 一般焼結機械部品への適用は極めて難しいと考えられるためである。

本研究は, きわめて短時間で焼結できる方法として誘導焼結法を用いた。誘導焼結は鉄系材料では急激な昇温が可能で

あり, 省エネルギーの観点からも現状の処理と比較して大幅に有効であるとされている^{3,5)}。しかし, 誘導加熱で圧粉体を昇温する場合, 溶製材では効率よく加熱され急激に昇温するのに対して, 圧粉体の場合には, 室温から約1073K域の昇温に多くの時間を必要と報告^{6,7)}されている。この昇温するまでに要する時間は潜伏期間 (Incubation period)^{7,8)}と言われており, 出力, 利用周波数, コイル形状, 圧粉体形状及び材料組成などによっても異なるが, その後の昇温速度と比較すると非常に長く, 全焼結過程を短縮したい誘導焼結法においては大きな問題点となる。またエネルギー効率の面からも, 負荷のほとんどを占める潜伏期間を短くすることが重要と考えられた。

そこで, 本研究では省エネルギー及び環境汚染対策の観点より, 急速焼結技術を開発を目的に, 昇温速度, 粉末粒子表面の活性化処理, 最高加熱温度及び冷却時間等の種々の因子について個々に検討を加え, 最適かつ最速焼結技術を開発及び急速焼結のメカニズムの検討を目的で行ったものである。

2 実験方法

実験に用いた試料の組成は $\text{Fe}+1.5\text{mass}\%\text{Cu}+0.8\text{mass}\%\text{C}$ とし、金型潤滑により可能な限りバインダーの量を少なくした。また、成形密度は $6.8\text{g}/\text{cm}^3$ と一定とした。試験片形状は外形 27.03mm 、内径 16.03mm 及び高さ 10mm のリング状の試験片を成型した。焼結条件としては高周波加熱装置(富士電波工機製/THERMECMASTOR Z: PCD制御, PR熱電対応)を用い、出力 15kW 、周波数 $100\text{kHz}\pm 10\%$ で 10^{-4}torr 程度の真空中で昇温速度を $5\sim 50\text{K}/\text{s}$ 、焼結温度を $1523\sim 1623\text{K}-60\text{s}$ 保持、粉末粒子表面を活性化させる目的で昇温途中に $523\text{K}-60\text{s}$ (I.T.1 処理: Isothermal Treatment の略)の恒温保持を入れた。これは、粒子表面の吸着ガスを取るためと脱バインダーが目的^{7,8)}である。一方、 1223K (I.T.2 処理)の保持では脱ガス、黒鉛のマトリックスへの拡散及びオーステナイト化の促進が目的である。これらの条件で $60\sim 150\text{s}$ と保持時間を変化させて実験を行った。また、試料表面をベイナイト化させる目的で冷却時間も $10\sim 100\text{s}$ と変化させて実験した。

3 実験結果及び考察

急速加熱で焼結を行う場合、昇温速度が速いため通常の焼結温度(約 1400K)では反応が十分進まず焼結が不完全だと考えられる。そこで本実験では初めに、最高加熱温度の影響を検討した。Fig.1は衝撃試験片(JIS Z2442)を用いて昇温速度を $5\text{K}/\text{s}$ 一定とし、焼結温度を 1523 、 1573 及び 1623K とした時の外表面(Edge)と中心部(Center)のミクロ組織を示す。 1623K では Center に直線状のセメントイトが見られる。この異常なセメントイトの析出により、試料は溶融してしまった。一方、

Fig.1 SEM photographs of 3 types sintering temperature condition both center and edge parts. (heating rate $5\text{K}/\text{s}$ const.)

1523 及び 1573K の試料はほぼオールパーライトになっているが、 1573K の試料は試料表面が変形した。この結果、本実験では焼結温度は最も低い 1523K 一定とした。また、ミクロ組織の比較では誘導加熱による表皮効果の影響で Center では Edge に比べ気孔が比較的多かった。

次に焼結過程での固溶及び析出反応を調べるため、DTAによる測定を行った。DTAの条件は、Ar雰囲気中で昇温速度が $0.05\sim 1.5\text{K}/\text{s}$ で 1473K まで加熱した。高周波誘導加熱装置の場合、昇温速度は数十倍程度になるが、DTA装置の限界が $100\text{K}/\text{min}$ のため、この昇温速度で粉末粒子の基礎物性挙動の把握を行った。Fig.2はDTAの測定結果を示す。上のグラフの 1360K 付近は銅(Cu)の溶融反応を示しており、中央のグラフの 1190K 付近は α から γ の変態、一方、下のグラフの 1050K 付近は黒鉛のマトリックスへの拡散と吸着ガスの放出の反応が主として表れていると思われる。これらグラフは昇温速度が速くなるにつれて各反応温度が高くなる傾向を示した。この実験結果から各反応を確かめるために各温度での組織変化を検討した。

Fig.2 DTA results between heating rate and heating temperature.

Fig.3はDTAで昇温速度が1K/sで室温から1123Kまで加熱した後、急冷したマイクロ組織を示す。この処理で、C分析を見ると黒鉛はほとんど拡散していないことがわかった。またO₂分析でも吸着ガスもほとんど放出していないことが判明した。すなわち、DTAの結果とは反応温度が多少異なる傾向が認められた。

Fig.4はDTAで同様にFig.3の試料よりさらに100K上げて1223Kまで加熱した後、急冷したマイクロ組織を示す。O₂分析を見るとガスはほぼ放出していることがわかる。黒鉛は短時間処理のためあまり拡散していないが、水冷したために組織はマルテンサイト組織になっていた。

一方、Fig.5はDTAで同様に1223Kまで加熱し、今度はその温度で300s保持した後、急冷したマイクロ組織を示す。吸着

ガスはほぼ放出しており、黒鉛もかなり拡散していることがわかる。また、結晶粒が再結晶しており、焼結がかなり進んでいることが判明した。このDTAの結果から、本実験の目的である急速加熱中、1223Kで恒温保持することは急速焼結では重要な因子と考えられた。

これらの結果より、リング状試験片での焼結条件は以下のようにした。すなわち昇温速度5~50K、焼結温度1523K-60s一定、1073~673Kまでの冷却時間10~100s、さらにI.T.1、I.T.2処理をそれぞれ60s行う場合と、行わないすなわち通常焼結に分けてそれぞれ検討した。

Fig.6は昇温途中にI.T.処理をしていないNormal Sintering(通常焼結)での圧環強さと冷却時間及び圧環強さと昇温速度の関係を示している。昇温速度が5、10及び20K/sでは冷却時間が10、20sと速い時は約950N/mm²と連続炉で焼結した時の圧環強さ(約833N/mm²)を越えている。これは冷却時間が速いため試料表面のマイクロ組織がベイナイト化したためであった。一方、50K/sの試料は冷却時間を変えても通常の連続炉の圧環強さをかなり下回った。また、この通常焼結では昇温速度の限界は30K/s程度であった。

Fig.7はNormal Sinteringでのマイクロ組織を示す。昇温速度が20K/s、冷却時間が10及び50sでのマイクロ組織を示す。試料表面付近の組織を見ると、50sに比べ10sの試料が一部ベイナイト化していることがわかる。また、黒鉛も存在しているが、マトリックスが強化されたために比較的低速の昇温速度では強度が出ていた。

Fig.8はFig.2の結果から脱ガスと黒鉛の拡散が主目的のI.T.2処理をした試料の圧環強さと冷却時間及び圧環強さと昇温速度の関係を示す。昇温速度が5、10及び20K/sの試料は、どの冷却時間でも連続炉での圧環強さを越えている。これはI.T.処理をすることにより、試料内部まで十分焼結が進んだためと考えられた。一方、昇温速度の限界はFig.6と同様に30K/s

R.T.→1123K→W.Q. (heating rate:1K/s)

Fig.3 EPMA analysis of C and O₂ elements obtained by DTA results.

R.T.→1223K→W.Q. (heating rate:1K/s)

Fig.4 EPMA analysis of C and O₂ elements obtained by DTA results.

R.T.→1223K-300s→W.Q. (heating rate:1K/s)

Fig.5 EPMA analysis of C and O₂ elements obtained by DTA results.

Fig.6 Relation between the radial crushing strength, cooling time and heating rate. (Normal sintering condition)

Fig.7 SEM photographs of 2 types cooling time specimens on normal sintering condition.

程度だと思われる。しかし、かなりの高範囲での冷却速度で十分圧環強さが得られたのは、このI.T.2処理の有効性を示している。

Fig.9は比較のためI.T.1+I.T.2処理をした試料の同様の関係を示している。この試料もFig.8と同様に、昇温速度が5, 10及び20K/sの試料はどの冷却時間でも通常の圧環強さを大幅に越えており、Fig.8より約50N/mm²高い値を示していた。一方、昇温速度の限界は同様に30K/s程度であった。

Fig.10はFig.8及びFig.9の昇温速度20K/sで冷却時間50sのミクロ組織を示す。外表面に未反応の黒鉛が若干残るが、Fig.6と比べると内側はほぼ全面がパーライトになっている。このように、誘導焼結ではI.T.処理は非常に有効であると考えられる。しかし、I.T.2のみとI.T.1+I.T.2処理の相違はミクロ組織上、明瞭な差は認められなかった。

Fig.11は本実験の目的である数分以内で焼結を終わらせるために昇温速度の限界を調べた。図に示すようにI.T.2処理をしたものは約30~35K/sに限界があり、I.T.1+I.T.2処理した試料は約35~40K/sに限界があった。この結果、最速では、冷却過程を考慮に入れないと2.5~3.5分以内で焼結が完了することが判明した。

一方、I.T.2処理を60~150sまで変化させ、各種試験した結果、1223Kで90s以上保持すると40K/sの昇温速度でも十分通常連続炉での強度レベルを越える試料が得られた。

Fig.8 Relation between the R.C.S., cooling time and heating rate. (I.T.2 condition)

Fig.9 Relation between the R.C.S., cooling time and heating rate. (I.T. 1+I.T. 2 conditions)

Fig.10 SEM photographs of 2 types isothermal treatment specimen.

さらに、製品に重要な寸法変化率について検討した結果、この誘導加熱法では全て膨張方向に変化が見られ最大0.25%程度の膨張が認められた。この寸法変化率は今後さらに小さくすべく詳細に検討する予定である。

4 結 論

型潤滑によるバインダーレス炭素鋼(0.8mass%C-1.5mass% Cu-Bal.Fe)圧粉体を用い、高周波誘導加熱法による数分以内の急速加熱焼結技術の開発を目的に実験を行った結果、以下の結論を得た。

- (1) 焼結過程で恒温保持処理(Isothermal Treatment)を行わない通常焼結法では、粉末粒子表面の脱ガス、マトリックスへの黒鉛の拡散が不十分のため昇温速度が30K/s以内かつ冷却時間10s及び20sの速い条件でのみしか、通常の連続炉で焼結した圧環強さ以上は得られなかった。
- (2) I.T.2処理(1223K-60s)を行った急速焼結法では脱ガス、黒鉛の拡散がかなり進み昇温速度30~35K/s以内でかつ全ての冷却時間で通常の圧環強さを越えた。
- (3) I.T.1処理(523K-60s)+I.T.2処理を行った急速加熱法は、(2)よりさらに焼結反応が進むために昇温速度35~40K/s以内の条件で、さらに圧環強さが上昇した。但し、I.T.1処理の効果はほとんど無く、本実験ではむしろI.T.2処理を60sから90sに長くした方が、良好な結果が得られた。

Fig.11 Relation between the R.C.S. and heating rate on difference of 2 types isothermal treatment.

- (4) この結果、冷却過程を考慮しないと最速昇温時間 30s, I.T.2 処理 90s, 焼結温度 1523K-60s, すなわち 180s (3 分) で焼結の全工程が終了することが判明した。
- (5) 寸法変化率は現在まで外径, 内径ともいずれも膨張傾向で最大 0.25% が得られた。これは誘導加熱による表皮効果 (Skin effect) で試料内外で温度差が 40K 表れるためであった。今後、さらに変化率を小さくすべく検討中である。

文 献

- 1) 望月, 三上, 小川他: "通電粉末圧延技術の開発", materiあ, 37(1998)280-282.
- 2) 大森, 平井: "放電プラズマシステム (SPS)", materiあ, 37 (1998)295.
- 3) R.Krumphold, W.Hermel and G.Leitner: "Short-Time Induction Sintering of Fe-Based Materials and Hardmetals", Elsevier Science, (1984)127-138.
- 4) G.D.Pfaffman and W.E.Templeton: "Induction Heating Temp. Sintering Process and Equipment", Advances in Powder Metallurgy, 1(1990)399-408.
- 5) W.Hermel, G.Leitner and R.Krumphold: "Review of Induction Sintering: Fundamentals and Applications", Powder Metallurgy, 3(1980)130-135.
- 6) 宮野, 井上, 柴田: "鉄-黒鉛圧粉体の誘導焼結", 粉体および粉末冶金, 27(1980)11-15.
- 7) 宮野, 井上, 柴田: "鉄-黒鉛圧粉体の誘導加熱における潜伏期間について", 粉体および粉末冶金, 27(1980)197-200.
- 8) 遠藤, 久保, 森岡, 伊藤: "鉄粉圧粉体の焼結過程における電気抵抗変化", 粉体および粉末冶金, 26(1979)195-200.