研 究

温間成形における鉄系粉末の圧密化挙動に及ぼす潤滑剤の影響

近藤 勝義^{☆1}, 瀧川 貴稔^{☆2}, 渡辺 龍三^{☆3}^{☆1} 東京大学先端科学技術研究センター, 〒153-8904 目黒区駒場 4-6-1.^{☆2} 住友電気工業(株)伊丹研究所, 〒664-0016 伊丹市昆陽北 1-1-1.^{☆3} 東北大学大学院工学研究科, 〒980-8579 仙台市青葉区荒巻字青葉 02.

Effect of Lubricant on Warm Compaction Behavior of Iron Powder Particles

Katsuyoshi Kondoh^{☆1}, Takatoshi Takikawa^{☆2} and Ryuzo Watanabe^{☆3}^{☆1} Research Center for Advanced Science and Technology, University of Tokyo, 4-6-1 Komaba Meguro-ku, Tokyo 153-8904.^{☆2} Itami R&D Sumitomo Electric Industries Ltd., 1-1-1 Koya-kita, Itami 664-0016.^{☆3} Dept. Materials Processing, Graduate School of Eng., Tohoku University, Aoba-ku Sendai 980-8579.

Received April 24, 2000

SYNOPSIS

The effect of the lubricant on the compaction behavior in warm compaction of iron powder was examined by using Cooper-Eaton equation. Particle rearrangement depends on the lubrication effect between powder particles and is more dominant on its compaction behavior than the plastic deformation of powder particles until 423 K. The total fractional volume compaction calculated by this method corresponds to the measured density of the green compact. Therefore, this analytical method is available to evaluate the warm compaction behavior quantitatively.

KEY WORDS

Warm compaction, Cooper-Eaton equation, Lubricant, Melting point, Particle rearrangement

1 緒 言

鉄系焼結材の自動車用部品への展開を図るべく, これまでに焼結体の高強度化を目指した新しい原料粉末やプロセスの検討が進められてきた。その結果, 焼結体密度の向上を目的として例えば, α 相焼結用粉末¹⁾や 2press-2sinter 法, 焼結鍛造法²⁾, 再圧縮同時焼入³⁾および温間成形法⁴⁾などが開発・実用化されている。なかでも, 高密度成形体の創製によって焼結体の高密度化を達成することを特徴とする温間成形法は他の製法に比べて焼結工程以降での密度変化が小さいことから焼結体の寸法精度の向上も期待されている。ゆえに温間成形法における粉末粒子の圧密化挙動を把握することは成形体の高密度化を議論する上において重要な課題である。これまでに尾崎ら⁵⁾によって耐熱性離型潤滑剤を添加した鉄系原料粉末

について温間成形過程での圧密化挙動の解析が行なわれ, 潤滑剤の特性と粒子の偏析防止との関係が検討されている。しかしながら, 温間成形法における粒子の圧密化挙動に及ぼす離型潤滑剤の影響に関する詳細な検討結果は報告されていない。そこで, このような観点から本報では融点の異なる離型潤滑剤を添加した鉄系粉末の温間成形過程における粉末粒子の圧密化挙動の温度依存性について検討する。

2 実験方法

2.1 供試粉末の特性

出発原料として(株)神戸製鋼所製低合金鉄系粉末アトメル 46F4H (Fe-0.5Ni-1.0M_{mass}%)を準備し, Table 1 に示す特性を有する 3 種類の離型潤滑剤から 1 つを選定して上記の原料粉

Table 1 Characteristics of lubricant powder used in this study.

	Melting point (K)	Aqua (%)	Acid (mgKOH/g)	Metallic (%)
Lub I	352	0.1	2.3	0.8
Lub II	393	0.1	2.8	0.9
Lub III	431	0.1	2.9	1.2

末に 0.8out% 添加した混合粉末を試料とした。使用した離型潤滑剤はいずれも金属基ステアリン酸粉末であるが、金属分の含有量を変えることで融点を約 350K~430K とした。なお、ここでは粒子の圧密化挙動解析を主目的とすることから原料粉末中において凝集・偏析の可能性がある黒鉛粉末は添加せずに実験を行なった。一方、後述するように粉末粒子の圧密化挙動解析においては粒子の塑性変形能を把握する必要があるが、例えば圧縮試験によって粒子 1 個の圧縮耐力を正確に測定することは困難である。このような課題に対してこれまでに著者ら⁹⁾は粉末を真密度レベルまで固化した素材の圧縮耐力が圧密化機構における粒子の塑性変形能と強い相関があることを確認している。そこで、本研究においても同様に出発原料粉末に対して焼結工程と熱間鍛造工程を施すことで相対密度 99% 以上のバルク体を作製し、その素材の圧縮耐力を粒子の塑性変形抵抗を表す指標として用いた。具体的には、先ず上記の鉄系粉末を金型内に充填して成形面圧 882MPa で圧粉し、得られた成形体を 1423K に管理した水素・窒素の混成ガス雰囲気中で 3.6ks 加熱保持して焼結体を作製する。これを高周波加熱装置によって 1273K に加熱し、その温度で 60s 間保持した後に閉塞金型熱間鍛造法によって面圧 882MPa を付与して焼結鍛造素材を作製する。さらにこの素材を上記と同一条件下で焼結および熱間鍛造工程を繰り返すことで相対密度 99% 以上のバルク体とした。得られた焼結鍛造体から 5×5×10mm の直方体試料を採取し、250kN 万能式圧縮試験機を用いて常温から 473K までの温度域における圧縮耐力を測定した。

2.2 粉末圧縮試験方法

温間成形過程における粉末粒子の圧密化挙動を評価すべく、本実験では 250kN 万能式圧縮試験機に金型加熱用恒温槽を取り付け、試料粉末 7g を充填した成形用金型 (内径: $\phi 11.3\text{mm}$, 型材質: 超硬) を恒温槽内にセットした。試料粉末内に挿入した熱電対の温度が所定の温度に到達後、その温度で 600s 保持した後に圧縮試験を行なった。ここでは試験温度を 296K, 323K, 373K, 423K の 4 水準とし、圧縮時の上パンチの下降速度を 0.5mm/s 一定とした。粉末の圧縮試験において先ず、粉末に作用する荷重と上パンチの変位量との関係を測定してその圧縮変位量から成形体体積の減少量を算出した。そして金型から抜出した成形体の全長および直径から成形体の体積を求め、この値が金型内での最大加圧下での粉末体積と同一であると仮定して、先に測定した成形体体積の減少量を加算することで各成形圧力と成形体体積との相関 (圧力 P - 体積 V 曲線) を求めた。粒子再配列機構の影響を厳密に評価するためには、可能な限り低圧力条件での圧縮変位量を測定することが有効であることから本実験では最小荷重を 98N とし、最大荷重 78.4kN (最大成形圧力 784MPa) に設定した。なお、離型剤の潤滑効果を調査するために金型から圧粉成形体を抜き出す際の荷重も併せて測定した。

2.3 Cooper-Eaton 式による粉末の圧密化挙動解析方法

本研究では異なる粒子径を有する粉末の圧縮挙動を解析す

るにあたり、これまでと同様に (1) 式に示す Cooper-Eaton 式⁷⁾を用いた。 $V(0)$ は無加圧状態での粉末の充填体積であり、本実験では各粉末の見掛け密度から求めた。 $V(\infty)$ は空隙が存在しない状態での粉末体積であり、秤量した試料粉末の質量と真密度を用いて算出した。

$$V = \frac{V(0) - V(p)}{V(0) - V(\infty)} = a_1 \exp(-k_1/P) + a_2 \exp(-k_2/P) \quad (1)$$

a_1, k_1 ; Coefficient of particle rearrangement

a_2, k_2 ; Coefficient of plastic deformation of powder particle

($a_1 + a_2 = 1$)

本研究では粉末粒子を金型内で圧縮成形する際の圧密化機構を粒子の再配列による体積減少と粒子の塑性変形 (或いは破砕) による体積減少からなると仮定し、確率過程論に基づいて (1) 式のような 2 項の指数関数の線形式として全体積圧縮率を記述した。よって、第 1 項は金型内へ粉末を充填した際に生じた空隙の閉鎖によって粒子が再配列する圧縮初期段階での緻密化現象 (粒子再配列機構) であり、第 2 項は比較的高圧力が付与された際の粉末粒子の塑性変形或いは破砕の進行による緻密化現象 (塑性変形機構) とした。

ここで、 a 値は極限圧力付加状態 ($P \rightarrow \infty$) での全体積圧縮率に占めるそれぞれの圧密化機構の寄与度を意味しており、 a_1 と a_2 はそれぞれ粒子再配列機構と塑性変形機構に対応する。また本計算プログラムでは a 値の総和 ($a_1 + a_2$) は常に 1 となるように考慮しており、 a 値が大きい機構ほど粉末の圧密化挙動を支配しているといえる。一方、 k 値は各圧密化機構の開始相当圧力を表しており、この値が小さいほど比較的低い圧力条件下で粉末の緻密化が進行することを意味する。また本実験では、圧縮試験により得られた圧力 P - 体積 V の相関データから非線形最小 2 乗法によって算出した a 値および k 値を用いて各圧密化機構による体積圧縮率の総和 ($0 \leq V \leq 1$) を算出する。その結果、粉末の圧縮特性の成形圧力依存性および緻密化過程での到達圧密率を定量的に把握できる。

3 結果および考察

3.1 圧縮変位量と離型時の抜き荷重の温度依存性

金型内に充填した試料粉末に対して 735MPa の成形圧力を付与した際の圧縮変位量と粉末温度の関係を Fig.1 に示す。粉末温度の増加と共に圧縮変位量は増加する傾向にあるが、Lub I 或いは II を含む試料では粉末温度がある範囲を越えると変位量は逆に低下しており、圧密化が阻止されることがわかる。また Fig.2 に示すように離型時の抜き荷重 (成形体と金型壁面との摩擦力に相当) の温度依存性も潤滑剤によって異なり、Lub I 或いは II を含む試料では急激に抜き荷重が増加する温度域が存在する。このように抜き荷重が急増した圧粉成形体の表面には圧縮方向に幾つかの縦筋と局所的にむしれた領域が認められ、金型壁面と凝着した表面性状を呈していた。なお、Lub I を添加した試料では粉末温度が 373K の条件下において約 10kN の高い抜き荷重を発生し、成形体表面全体において金

型との焼付き現象が生じたために423Kでの圧縮試験は実施しなかった。

3.2 温間成形における粉末の圧密化への粒子再配列および塑性変形の寄与

粉末粒子の圧縮機構における粒子再配列の寄与度を表す a_1 値の粉末温度依存性をFig.3に示す。Fig.1に示した圧縮変位量の結果と類似しており、全体として a_1 値は粉末温度の上昇に伴って増加する傾向にあるが、粉末温度がLub Iでは323Kを、Lub IIでは373Kをそれぞれ越えるといずれも a_1 値は大きく低下しており、常温での a_1 値を下回る値となっている。

この結果を用いて粒子再配列による体積圧縮率 V_1 の成形圧力依存性を計算した結果をFig.4に、また成形圧力784MPaを付与した場合の V_1 値の温度依存性をFig.5に示す。いずれの試料粉末においても V_1 値の急激な増加は約300MPaまでの圧力領域で認められ、それ以降では顕著な増加はないことから

この圧力範囲内で粒子再配列による粉末の緻密化機構はほぼ完了すると考えられる。Fig.5に示すように784MPa程度の高成形圧力を付与した場合、Lub Iを含む試料粉末では粉末温度が323Kの場合に V_1 値は最大となり、粉末温度が373Kになるとかえってその値は低下している。Lub IIを含む試料においても同様に、粉末温度が373Kで V_1 値は最大値を有してそれ以上の温度では減少する。しかしながら、Lub IIIを含む試料粉末では V_1 値にこのような変化はなく、粉末温度の上昇と共に V_1 値も増加しており、温間成形における粒子再配列による圧密化が温度上昇と共に進行していると考えられる。前記の離型潤滑剤の特性および離型時の抜き荷重の変化などを踏まえると、このような結果は温間成形過程における離型剤の潤滑効果に関係していると考えられる。Fig.2に示したようにLub I或いはLub IIを含む試料粉末ではいずれも粉末温度がそれぞれの離型潤滑剤の融点(T_m)を越えると、離型後の成形体表面に金型との凝着部が見られたが、これは離型潤滑剤が液化するために粉末粒子と金型壁面の間に良好な潤滑皮膜が形成され難くなり、その結果、圧縮時および離型時に成形体表面と壁面間で焼付現象を生じたことによると考えられる。粉末粒子間においても同様の理由により安定な潤滑膜が形成されないために粒子同士の金属接触が生じて局所的な凝着現象を誘発し、そのために圧縮過程において粒子の再配列機構が阻害されたと考えられる。

次に、成形圧力784MPaを付与した際の塑性変形機構による体積圧縮率 V_2 の温度依存性をFig.6に示す。Fig.5に示した粒子再配列による体積圧縮率 V_1 の結果に比べて粉末温度の増加に対する V_2 値の変化は小さく顕著な依存傾向は見られない。これはFig.7に示す熱間鍛造体の高温圧縮耐力の結果からわかるように、473K程度までの温度領域では圧縮耐力に大きな変化がないことから粉末の塑性変形能も顕著に低下していないといえる。ゆえに、同温度域においては粉末温度の上昇

Fig.1 Dependence of traveling displacement at compacting pressure of 735 MPa on temperature of powder particle in warm compaction die.

Fig.2 Changes of friction load between green compact and die wall in removal.

Fig.3 Dependence of coefficient of rearrangement of powder particle on temperature of powder particle in warm compaction die.

に対して粒子の塑性変形による圧密化過程が著しく変化することはない、その結果、V1値と比較して粉末温度の増加に対

するV2値の変化が小さくなったと考えられる。

3.3 全体積圧縮率と成形体密度との関係

上記のV1値およびV2値を用いて温間成形過程における粉末の全体積圧縮率Vと粉末温度の関係性を求めた。その結果をFig.8に示す。Lub I或いはLub IIを含む試料粉末においては粉末温度の増加に対してそれぞれの離型潤滑剤の融点を越えるとV値は減少しており、Fig.5に示した粒子再配列による体積圧縮率の結果と同じ傾向にある。このことから温間成形過程における粉末の全圧縮体積率は粒子再配列機構に大きく依存しているといえる。また784MPaの成形圧力を付与した際の圧粉体の実測密度と全体積圧縮率との関係をFig.9に示す。これに見るように2つのデータを除くとV値は密度に対してほぼ同一直線上にプロットされ、求めた計算結果は実測値とよい対応を有している。このことから本手法によれば温間成形

(a)

(b)

(c)

Fig.4 Calculation results for frictional volume compaction by rearrangement of powder particle in warm compaction of pre-alloy iron powder. (a) Lubricant I, (b) Lubricant II, (c) Lubricant III

Fig.5 Effect of lubricant powder on fractional volume compaction by rearrangement of powder particle at warm compaction pressure of 784 MPa.

Fig.6 Effect of lubricant powder on fractional volume compaction by plastic deformation of powder particle at warm compaction pressure of 784 MPa.

Fig.7 Change of compaction proof strength of sintered and hot-forged specimen at elevated temperature.

Fig.8 Dependence of total frictional volume compaction on temperature of powder particle in warm compaction die.

過程における粉末の圧密化挙動について定量的な解析・評価が可能といえる。なお、直線上に整理されなかった2つのデータに関しては、いずれも潤滑剤の融点以上の温度域で圧縮した試料であり、上述したように粒子と金型壁面間での凝着現象を伴っている。本来ならば、粉末の圧密化挙動解析においてこのような摩擦現象も検討する必要があるが、本手法ではこの影響は考慮されていない。このことが実測値とよい相関を示さなかった原因の一つと考えられるが、この点に関しては今後さらに詳細な解析が必要である。

4 結 論

低合金鉄系粉末の温間成形過程における粉末粒子の圧密化

Fig.9 Relationship between total fractional volume compaction and green density at warm compaction pressure of 784 MPa.

挙動に及ぼす離型潤滑剤の影響について Cooper-Eaton 実験式を用いて検討した。本研究で得られた結果を以下に示す。

- (1) 温間成形過程における粉末の粒子再配列機構は粉末中に含まれる離型剤の潤滑効果に依存しており、離型剤の融点以上では粒子間に安定な潤滑膜が形成され難くなるために粒子再配列は阻害される。
- (2) 423K 付近までの温度域での温間成形過程では粉末の圧密化に対する粒子の塑性変形機構の寄与度は小さく、粒子再配列機構が支配的である。
- (3) 本解析手法により求めた全体積圧縮率は成形体密度の実測値とよい対応を有しており、温間成形法における粉末の圧密化挙動を定量的に評価できる。

文 献

- 1) Metal Powder Report, July/August, (1995)33.
- 2) Metal Powder Report, June, (1995)7.
- 3) 瀧川ら: "再圧縮同時焼入した Fe-Mo-Cu-C 系焼結鋼部品", 粉体および粉末冶金, 46(1999)544-547.
- 4) 石原: "コネクティングロッドの高強度化—焼結鍛造・熱間鍛造の住み分け—", 粉体および粉末冶金, 46(1999)505-509.
- 5) 尾崎ら: "耐熱性潤滑剤を添加した偏析防止粉の温間での圧密化機構と焼結体特性", 平成 11 年度春季粉体粉末冶金協会講演概要, (1999)92.
- 6) 近藤ら: "急冷凝固アルミニウム合金粉末の圧密化挙動に及ぼす粒子径の影響", 粉体および粉末冶金, 47(2000)853-859.
- 7) A.R.Cooper and L.E.Eaton: "Compaction Behavior of Several Ceramics Powders", J. Amer. Ceram. Soc., 45(1962)97-101.